

VYSOKÁ ŠKOLA BÁŇSKÁ - TECHNICKÁ UNIVERZITA OSTRAVA
HORNICKO-GEOLOGICKÁ FAKULTA
Institut environmentálního inženýrství

**POSOUZENÍ MOŽNOSTI
CHARAKTERIZACE VELIKOSTI
ČÁSTIC VYUŽITÍM ON-LINE
MIKROSKOPIE**

Diplomová práce

Autor práce: Bc. Adam Górnisiewicz
Vedoucí práce: Ing. Jan Thomas, Ph.D.

2017

**VYSOKÁ ŠKOLA BÁŇSKÁ - TECHNICAL UNIVERSITY OF
OSTRAVA**

FACULTY OF MINING AND GEOLOGY

Institute of Environmental Engineering

ASSESSING THE POSSIBILITY OF THE PARTICLE SIZE CHARACTERIZATION BY USE OF ONLINE MICROSCOPY

Diploma thesis

Author: Adam Górnisiewicz
Supervisor: Ing. Jan Thomas, Ph.D.

2017

Zadání diplomové práce

Student:

Bc. Adam Górniewicz

Studijní program:

N2102 Nerostné suroviny

Studijní obor:

2102T006 Technologie a hospodaření s vodou

Téma:

Posouzení možnosti charakterizace velikosti částic využitím on-line
mikroskopie
Assessing the possibility of the particle size characterization by use of
online microscopy

Jazyk vypracování:

čeština

Zásady pro vypracování:

1. Úvod
2. Základy mikroskopických metod studia částic
3. Shrnutí základních vlastností mikronových částic ve vodném prostředí
4. Posouzení využití online mikroskopie při sledování částic v roztocích
5. Vypracování metodických postupů pro online mikroskopii dispergovaných částic v roztocích
6. Shrnutí získaných dat
7. Závěr

Seznam doporučené odborné literatury:


Dle pokynů vedoucího diplomové práce.

Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.


Vedoucí diplomové práce: **Ing. Jan Thomas, Ph.D.**

Datum zadání: 31.10.2016

Datum odevzdání: 28.04.2017


doc. Ing. Silvie Heviánková, Ph.D.
vedoucí institutu





prof. Ing. Jaroslav Dvořáček, CSc.
pověřený vedením fakulty

PROHLÁŠENÍ

- *Celou diplomovou práci včetně příloh, jsem vypracoval samostatně a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.*
- *Byl jsem seznámen s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č.121/2000 Sb. - autorský zákon, zejména § 35 – využití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a využití díla školního a § 60 – školní dílo.*
- *Beru na vědomí, že Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB-TUO) má právo nevýdělečně, ke své vnitřní potřebě, diplomovou práci užít (§ 35 odst. 3).*
- *Souhlasím s tím, že jeden výtisk diplomové práce bude uložen v Ústřední knihovně VŠB-TUO k prezenčnímu nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o diplomové práci, obsažené v Záznamu o závěrečné práci, umístěném v příloze mé diplomové práce, budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO. -*
- *Bylo sjednáno, že s VŠB-TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.*
- *Bylo sjednáno, že užít své dílo – diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).*
- *Místopřísežně prohlašuji, že jsem celou diplomovou práci vypracoval samostatně. Zdroje, ze kterých jsem při své diplomové práci čerpal, řádně cituji a uvádím v seznamu použité literatury.*

V Ostravě dne 28.4.2017


.....

Adam Górnisiewicz

PODĚKOVÁNÍ

Velmi rád bych poděkoval svému vedoucímu diplomové práce, panu Ing. Janu Thomasovi, Ph.D. za velmi užitečné rady, odborné vedení a ostatní výpomoc se zpracováním diplomové práce. Rovněž bych chtěl poděkovat svým rodičům, bratrovi a přátelům, kteří mě psychicky povzbuzovali. V poslední řadě bych rád poděkoval svým spolužákům za jejich užitečné rady, týkající se práce.

Diplomová práce prezentuje znalosti nabyté v rámci projektu Institut čistých technologií těžby a užití energetických surovin - Projekt udržitelnosti. Identifikační kód: LO1406. Projekt je podporován Národním programem udržitelnosti financovaném ze státního rozpočtu ČR.

ANOTACE

Tato diplomová práce se zabývá studiem koloidních částic za použití on-line mikroskopie ve třech experimentech - s kaolínem, hlušinou a surovou vodou.

Teoretická část práce se zabývá popisem vlastností těchto částic a metodami, jimiž jsou tyto částice sledovány. Dále jsou zde popsány typy on-line sond, které byly použity v experimentální části.

Praktická část byla zaměřena na měření tří experimentů, ve kterých byla pozorována a zaznamenána kvantita koloidních částic a vizuální vzhled částic pomocí FBRM a PVM sondy. Výsledkem byly grafy a obrázky, ze kterých byl patrný průběh celého experimentu. Na základě těchto výsledků mohou být tyto metody uplatněny například při flokulaci odpadní vody v čistírně odpadních vod.

Klíčová slova: disperze, koloidní částice, on-line mikroskopie, koagulace, flokulace, PVM, FBRM.

SUMMARY

This diploma thesis deals with study of colloidal particles using real-time microscopy. Three experiments were done in terms of this paper – one with kaolin, another one with gangue and last one with raw water.

Theoretical part explains colloidal particles' properties and methods for its observation. In next chapter, real-time probes used in the experiments are described.

Practical part consists of three experiments whose main objective was to observe and register quantity and visual appearance of colloidal particles using FBRM and PVM probe. Results of the experiments were summed up in charts and pictures which show particles' behaviour during the experiments. Based on these data it can be said that the methods can be applied for instance in a process of flocculation of waste water in a sewage disposal plant

Keywords: dispersion, colloidal particles, real-time microscopy, coagulation, flocculation, PVM, FBRM.

OBSAH

ÚVOD.....	1
TEORETICKÁ ČÁST.....	3
1 ZÁKLADY MIKROSKOPICKÝCH METOD STUDIA ČÁSTIC	3
1.1 Obecné shrnutí optické mikroskopie.....	3
1.1.1 FBRM sonda	3
1.1.2 PVM sonda	4
1.1.3 PIV	5
2 POSOUZENÍ VYUŽITÍ ONLINE MIKROSKOPIE PŘI SLEDOVÁNÍ ČÁSTIC	
V ROZTOCÍCH.....	7
2.1 Koagulace a flokulace	7
2.1.1 Kinetika koagulace	7
2.1.2 Míchání	10
3 SHRUTÍ ZÁKLADNÍCH VLASTNOSTÍ MIKRONOVÝCH ČÁSTIC VE	
VODNÉM PROSTŘEDÍ.....	13
3.1 Druhy disperzních soustav	13
Podle velikosti částic	13
3.1.1 Podle tvaru částic	14
3.1.1 Podle počtu fází	15
3.2 Druhy koloidních soustav	16
3.3 Kinetické vlastnosti koloidních soustav	17
3.3.1 Brownův pohyb.....	17
3.3.2 Difúze a osmóza.....	18
3.3.3 Sedimentace	18
3.4 Stabilita koloidních soustav	19
3.5 Reologické vlastnosti koloidních soustav	20
3.5.1 Viskozita	21
3.6 Optické vlastnosti koloidních soustav	22
3.6.1 Rozptyl.....	22
3.6.2 Absorpce záření	23
3.7 Elektrické vlastnosti koloidních soustav	23
PRAKTICKÁ ČÁST	25

4	VYPRACOVÁNÍ METODICKÝCH POSTUPŮ PRO ONLINE MIKROSKOPII DISPERGOVANÝCH ČÁSTIC V ROZTOCÍCH	25
5	SHRNUTÍ ZÍSKANÝCH DAT	29
5.1	Experiment s kaolínem.....	29
5.1.1	Zrnitostní třída < 5 µm.....	29
5.1.2	Zrnitostní třída 5 - 10 µm.....	32
5.1.3	Zrnitostní třída 10 - 50 µm.....	33
5.1.4	Zrnitostní třída 50 - 100 µm.....	35
5.1.5	Zrnitostní třída 100 - 200 µm.....	37
5.1.6	Zrnitostní třída > 200	39
5.2	Experiment s hlušinou.....	42
5.2.1	Dávkování Flokoru	42
5.2.2	Opětovné rozmíchání a sedimentace	45
5.3	Experiment se surovou vodou.....	47
	ZÁVĚR	52
	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	54
	SEZNAM OBRÁZKŮ	58
	SEZNAM GRAFŮ	59
	SEZNAM TABULEK.....	59

ÚVOD

Koloidní disperze neboli koloidy jsou soustavy tvořené částicemi o velikosti v rozmezí 1 nm až 1 μ m. V polovině 19. století byly zaznamenány první vědecké studie vypracované Francescem Selmim, který upozoroval na anomální vlastnosti určitých roztoků, o nichž se později zjistilo, že šlo o koloidní soustavy.

Nauka zabývající se problematikou koloidů se nazývá *koloidní chemie*. Za jejího zakladatele se pokládá anglický vědec *Thomas Graham*, který tuto vědní disciplínu v 19. století pojmenoval podle jejího typického zástupce klišu (kolla znamená v řečtině kliš). Graham je také autorem pojmů, které se dodnes používají např. sol, koagulace, koagulát, gel, hydrogel. Na začátku 20. století byly velkými přínosy práce vědců Smoluchowského, Svedberga a Einsteina, které se zabývaly stanovením velikosti částic, sedimentací a koagulací částic. Dalšími vědci, kteří rozšířili tuto nauku o další informace o koloidních soustavách, byli např. Perrin, Ostwald, Weinmarn, Faraday, Tyndall, kteří také působili na začátku 20. století.

Poté rozvoj teoretických a praktických znalostí o koloidech docela dlouhou dobu zaostával, z důvodu špatné interpretace a reprodukovatelnosti výsledků. Změna přišla s použitím nových experimentálních metod s dobře definovanými experimentálními materiály, které sloužily k modelovému zobrazení. Kdysi byla koloidní chemie pouze popisnou disciplínou, ale v dnešní době lze využívat základní chemické a fyzikální principy, na jejichž aplikaci umožňuje formulovat teorie, které se zabývají aspekty chování koloidů. Využití koloidní chemie se uplatňuje v mnoha oborech jako např. medicíně při určení tokových vlastností krve, moči a jiných tělních tekutin. [1]

V teoretické části této diplomové práce jsou obsaženy základy mikroskopických metod při studii částic, kde bylo popsáno obecné shrnutí optických metod mikroskopování a posouzení využití on-line mikroskopie. Dále byla popsána stabilizace, rozdělení, kinetické, reologické, optické a elektrické vlastnosti koloidních soustav.

V praktické části jsou popsány metodické postupy prováděných u jednotlivých postupů a v poslední části bylo uvedeno shrnutí všech dat, které byly získány pomocí on-line sond.

Tato práce je zaměřena na analýze velikosti částic v reálném čase u třech experimentů, které se od sebe liší charakterem roztoku zejména zahuštěním.

Cílem práce bylo zjištění, zda oba typy sond dokáží zaznamenat částice v rozmezí jednotek až stovek mikrometrů. Dalším cílem bylo ověření správnosti měření sond po přidání optimální dávky flokulačního činidla. Posledním cílem bylo měření chování částic pomocí on-line sond v jednotlivých fázích experimentů - koagulace, dávkování, flokulace a sedimentace.

TEORETICKÁ ČÁST

1 ZÁKLADY MIKROSKOPICKÝCH METOD STUDIA ČÁSTIC

Tato kapitola se zabývá obecným shrnutím optické mikroskopie a podrobněji popisuje on-line sondy PVM, FBRM a PIV.

1.1 Obecné shrnutí optické mikroskopie

Optická neboli světelná mikroskopie patří mezi jednoduché metody, která jsou uplatněny ve výzkumných, klinických a průmyslových laboratořích. Jejich největší výhodou je jejich malá nenáročnost na přístrojové vybavení a snadná ovladatelnost. Tato mikroskopie hlavně slouží k zobrazení či přiblížení širokého spektra barevných i nebarevných materiálů, dále slouží ke sledování pohybu částic například v oboru mikrofluidiky, což je obor zabývající se prouděním kapalin ve velmi malých prostorech.

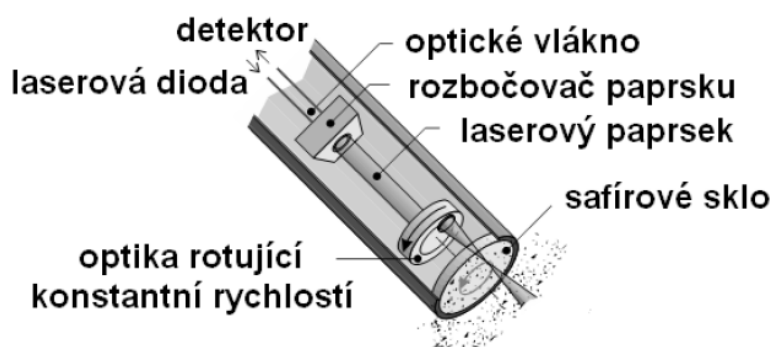
Typy zobrazovacích metod v optické mikroskopii získané pomocí:

- světlého pole
- temného pole
- fázového kontrastu
- ultrafialová mikroskopie
- infračervená mikroskopie
- konfokální mikroskopie
- mikrospektrofotometrie
- fluorescenční mikroskopie
- interferenční mikroskopie
- ultramikroskopie
- polarizační mikroskopie
- videomikroskopie [2, 3, 4, 5, 6]

1.1.1 FBRM sonda

Metoda FBRM (Focused Beam Reflectance Measurement) je odlišná od metody PIV v typu zdroje laseru - u PIV to je pulzní zdroj laseru a u FBRM jde o kontinuální paprsek monochromatického světla (viz *obrázek 1*) a v tom, že sonda FBRM neposkytuje žádné informace o tvaru částice. Monochromatické světlo je soustředováno pomocí soustavy čoček do ohniska, které je kalibrováno tak, aby bylo v pozici na rozhraní skla sondy a probíhajícího procesu.

Princip sondy spočívá v elektrickém motoru, který otáčí celou optickou soustavou konstantní rychlostí, monitorované v průběhu celého měření, aby výsledky byly co nejpřesnější. Za normálních podmínek sonda snímá krouživým pohybem laseru částice, které se dostanou do blízkosti sondy a odrážejí laserové světlo se zpětným rozptylem zpátky do sondy (při konstantních otáčkách 2 m/s). Zpětný rozptyl je myšlen ve formě odlišných pulsů, kde tyto pulsy jsou sondou dále registrovány a vyjádřeny tětivovou délkou. Tětivová délka se vypočítá jako rychlost skenování vynásobená pulsní šířkou nebo délkou (čas). Její přesná definice zní, že jde o přímku vzdálenosti od jednoho okraje částice k druhému. Každou sekundu naměří tato sonda tisíce tětivových délek, které graficky znázorňuje jejich distribuci, čímž je umožněno detekovat změny rozměru a počtu částic v reálném čase. U těchto sond jdou měřit částice o velikosti 0,5 až 2000 μm . Umožňuje tedy základní měření a sledování změn bez zbytečně složitých a komplexních výpočtů, které mohou způsobit významnou chybu. [7, 8, 9, 10]



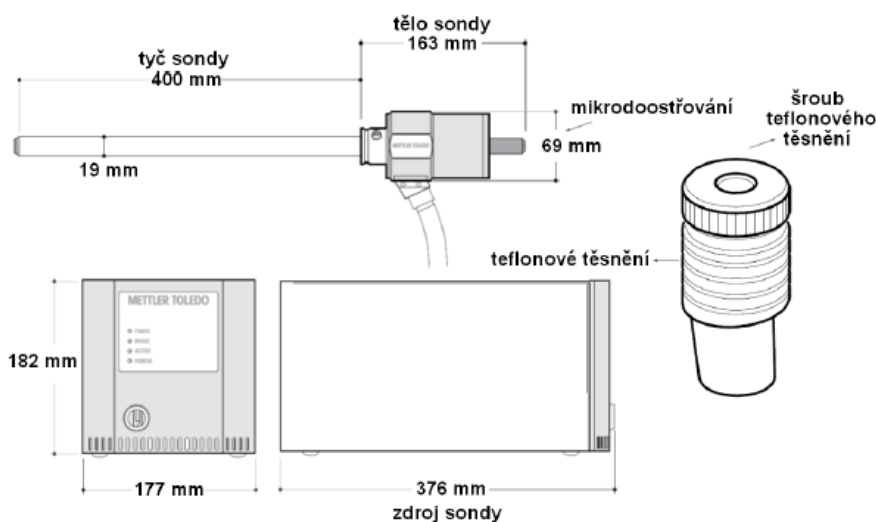
Obrázek 1: FBRM sonda [7]

1.1.2 PVM sonda

Sonda PVM (Particle Vision Microscope) je přístroj schopný okamžité vizualizace (tzv. video mikroskop), který poskytuje okamžitý pohled do částice či krystalku a ihned zaznamenat jejich změnu v procesu. Umožňuje tedy okamžitě detekovat změny v procesu (např. flokulace) a porozumět jim, čímž spolehlivě a účinně proces zkracuje proces, který by jinak trval několik měsíců, navíc pomocí jiných složitějších technik. Sonda poskytuje kvalitní mikroskopické obrázky (i tisíc během pokusu) z procesu v reálném čase bez

nutnosti odběru vzorků. Rozmezí velikosti pozorovaných částic je od 2 μm do 1000 μm , a to v koncentracích 50% sušiny a vyšší. Díky této sondě lze automaticky získávat spolehlivé informace při každém experimentu, který v rámci vývoje a výroby umožní navrhovat částice s předvídatelnějším chováním, a to i v případě změny procesních parametrů.

Sonda se skládá ze dvou částí: těla a zdroje (viz *obrázek 2*). Optika kamerového systému je chráněna safírovým sklíčkem, které se nachází na vrcholu těla. K propojení sondy a zdroje slouží optický kabel, který zabezpečuje rychlý online přenos obrazu. [7, 11, 12, 13]



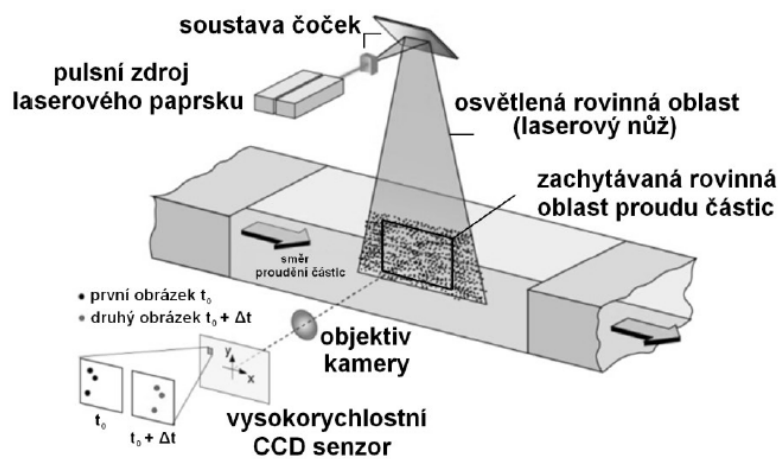
Obrázek 2: PVM sonda [7]

1.1.3 PIV

PIV metoda (Particle Image Velocimetry) se hlavně používá při sledování rychlosti proudění částic a dá se taky využít ke sledování změny velikosti částic při flokulačních experimentech. Jde o optický systém, který je schopný zachytit obraz částic (viz *obrázek 3*).

Skládá se z vysokorychlostní CCD kamery, která zabezpečuje vizualizaci vložek v reakční nádobě, dále z nastavitelného zdroje laserového paprsku a to vše řídí a zpracovává software pro řízení a zpracování obrazu. Laserový pulzní paprsek je soustředěn pomocí soustavy čoček do tenkého paprsku, který vytváří osvětlenou rovinnou oblast (laserový nůž) sledované vodní suspenze. Ze získaných 2D obrázků je možno stanovit rozměry jednotlivých částic a dále vytěžit informace o morfologii a struktuře vložek. Nevýhodou této metody je relativně nízký počet obrázků (40) během jedné minuty, další nevýhodou je

schopnost sledovat částice v $9\mu\text{m}$ a větší - v závislosti na kalibraci. Tyto nevýhody lze eliminovat, například při sledování flokulačních testů, použitím sond FBRM a PVM. [7, 14]



Obrázek 3: Schéma PIV metody [7]

2 POSOUZENÍ VYUŽITÍ ONLINE MIKROSKOPIE PŘI SLEDOVÁNÍ ČÁSTIC V ROZTOCÍCH

Online mikroskopie se používá pro sledování a řízení průmyslových procesů, aby byly efektivnější z ekonomického hlediska. Je vhodná pro nejširší spektrum procesů, a to od suchého prášku až po emulze a suspenze. Nejčastěji se využívá pro vyhodnocení změn sledovaných parametrů v průběhu procesů, například koagulace, flokulace, sedimentace, dále u sorpce a desorpce syntéz či přípravě směsi koloidních roztoků a suspenzí na základě závislosti na teplotě, pH a jiných faktorech.

V praxi se online mikroskopie využívá hlavně v technologii vody při testování flokulačních činidel na čistírně odpadních vod. Dále se tyto metody mikroskopie používají ve farmacii při optimalizaci krystalizace například u procesu API (Active Pharmaceutical Ingredient, což je čistící izolační proces, který musí zaručovat kvalitu produktu, jako distribuci velikosti krystalů, jejich krystalový tvar, chemickou a fyzikální čistotu a obsah zbytků rozpouštědel. Posledním uplatněním online mikroskopie je u analýzy velikosti částic v granulátu, který je vyrobený za použití kontinuálního dvoušnekového procesu granulace - sušení - mletí. [7, 9, 11, 13, 15]

2.1 Koagulace a flokulace

Tyto dva procesy patří pod technologický proces čiření, který je využíván při úpravě pitné vody a povrchových vod a občas také při čištění průmyslových odpadních vod. Oba procesy na sebe časově navazují, jako první probíhá koagulace, která destabilizuje koloidní systémy přidáním určitého typu koagulantu. Po koagulaci, která má fyzikálně chemický charakter, následuje flokulace, která má pouze fyzikální charakter, která destabilizované koloidní částice shlukuje (agreguje) do tvaru vloček, jež jsou viditelné okem. [16, 17, 18, 19, 20, 22]

2.1.1 Kinetika koagulace

Koagulace se dá rozdělit na dvě stadia. V prvním stadiu dochází ke shlukování koloidních částic, které je způsobeno vlivem Brownova pohybu. Toto stádium se nazývá se *perikinetická* koagulace, kde podmínky srážek mezi jednotlivými částicemi jsou určeny pouze jejich tepelným pohybem. Žádný směr pohybu není preferován. Dále následuje

druhé stádium, které se nazývá *ortotkinetická* neboli *proudová koagulace*. Systém koaguluje za takových podmínek, kde se uplatňují srážky vyvolané vnějším působením (tíhovým polem Země) a také dochází k tepelným srážkám jako u prvního stádia. Dochází k setkávání a shlukování koloidních částic, jemuž lze pomoci kontinuálním mícháním suspenze.

Rychlost koagulace je různá a definuje se jako úbytek primárních disperzních částic v objemové jednotce za jednotku času. Nulová rychlost nastává, je-li koncentrace koagulujícího elektrolytu menší, než odpovídá jeho koagulačnímu prahu. Pokud zeta potenciál klesne asi na 30 mV, nabývá koagulační rychlost měřitelných hodnot. Při zvětšení koncentrace koagulujícího elektrolytu zeta potenciál plynule klesá a koagulační rychlost roste. Pokud zeta potenciál klesne na nulu, dostane se do tzv. izoelektrického stavu a s dalším zvyšováním koncentrace elektrolytu se již koagulační rychlost nemění.

U matematického vyhodnocování rychlosti koagulace je nutno rozlišit, zda jde o koagulaci rychlou či pomalou, perikinetickou nebo ortokinetickou, zda je daný disperzní systém monodisperzní nebo polydisperzní a jestli jsou disperzní částice kulovitého nebo anizometrického tvaru (převládá jeden nebo dva rozměry částice). [16, 20, 22, 24, 25]

1) Perikinetická koagulace

Jako první se zabýval touto koagulací Smoluchowski, který přišel na dvě oblasti této koagulace:

- a) oblast pomalé koagulace, která probíhá při zeta potenciálu od kritické hodnoty k nule.
- b) oblast rychlé koagulace, kdy se zeta potenciál rovná nule.

Nejjednodušším případem je rychlá perikinetická koagulace monodisperzního systému s kulovitými částicemi, kde zeta potenciál i elektrický náboj jsou nulové, takže každá srážka částic vede k agregaci (shlukování). Srážka dvou částic je přiblížení jejich středů na menší vzdálenost, než je akční poloměr R_a , pro něž platí $R_a = 2r$ až $3r$, kde r znamená poloměr částice. Když se srazí dvě primární částice, tak poté vznikají sekundární částice o dvojnásobné hmotě. Při dalších srážkách vznikají částice terciární, kvartérní (například srážkou dvou sekundárních částic, vznikají kvarterní částice) i větší. Počet primárních částic (viz rovnice) by měl monotónně klesat s časem a počet shlukovaných částic vzprvu vrůstá k maximu a poté klesá.

$$N_1 = \frac{N_0}{(1 + \beta t)^2} \quad (1)$$

$$N_2 = \frac{N_0 \beta t}{(1 + \beta t)^3} \quad (2)$$

$$N_3 = \frac{N_0 (\beta t)^2}{(1 + \beta t)^4} \quad (3)$$

$$N_n = \frac{N_0 (\beta t)^{n-1}}{(1 + \beta t)^{n+1}} \quad (4)$$

Tyto rovnice popisují výpočet počtu částic s určitou stejnou velikostí. Kde N_0 je počet primárních částic v čase $t = 0$, N_1 je počet primárních částic v čase t , N_2 je počet sekundárních částic v čase t , N_3 je počet terciálních částic v čase t , N_n je počet n -násobných částic, t je čas a β je konstanta (viz rovnice (1) až (4)). [16, 20, 22, 23, 24, 25]

2) Ortokinetická koagulace

Jakmile se rozměr částice zvětší asi na 10^{-6} m (μm), tak tepelný pohyb molekul prostředí přestává ovlivňovat tyto částice a dochází k tomuto typu koagulace. Ta se dále dělí na *vertikální ortokinetickou* (proudovou) koagulaci a na *horizontální ortokinetickou* koagulaci.

a) Vertikální ortokinetická koagulace

V průběhu ortokinetické koagulace se vytvářejí čím dál větší částice tuhé fáze a s rostoucí velikostí těchto částic se stále méně uplatňuje tepelný pohyb (nárazy molekul disperzního prostředí se začínají rušit). A proto se stále více uplatňuje vliv tíhového pole Země a dochází k sedimentaci, níž je koagulace urychlována setkáváním částic s rozdílnou usazovací rychlostí. Zákonitosti tohoto procesu matematicky formulovali Wiegner a Tuorill, Müller a Neuhaus. Při styku větší částice o poloměru r_l s menší částicí o poloměru r_2 , je účinný prostor velké částice ve tvaru válce, jehož vnější poloměr je dán poloměrem r_1 . Nejúčinnější koagulace je při poměru poloměrů $r_2/r_1 = 0,8 - 0,4$. Je-li poměr blízký nule, k vertikální koagulaci nedochází a částice klesají vedle sebe nebo zde pak probíhá perikinetická koagulace. [16, 20, 21, 22, 23, 24, 25]

b) Horizontální ortokinetická koagulace

U tohoto typu se částice ve vrstvě s větší průtočnou rychlostí mohou střetávat s částicemi, které jsou unášeny v sousední vrstvě s nižší průtočnou rychlostí. Proces

koagulace je tedy urychlen střetáváním částic o rozdílné horizontální průtočné rychlosti. Čím větší je rozdíl mezi rychlostmi v jednotlivých sousedících vrstvách kapaliny, tím je proces střetávání intenzivnější. V hydrodynamice je tento podíl nazýván *rychlostním gradientem*, který poprvé formuloval už známý Smoluchowski. [16, 20, 22, 23, 24, 25]

2.1.2 Míchání

Je to proces, který napomáhá k homogenizaci koagulačního činidla a odpadní vody. Nejčastěji se homogenizace provádí hydraulickým způsobem, kde se rovnou u přívodního potrubí nacházejí přívody s roztoky činidel (koagulanty). Dalším způsobem míchání je homogenizace činidel s vodou ve směšovacích průtočných nádržích, které jsou podrobněji popsány v níže uvedené kapitole. Podle velikosti hodnoty středního rychlostního gradientu (viz rovnice (5)) se rozlišuje rychlé a pomalé míchání.

$$G = \sqrt{\frac{P_V}{\eta}} \quad (5)$$

η je viskozita a P_V je práce vykonaná za čas v jednotce objemu.

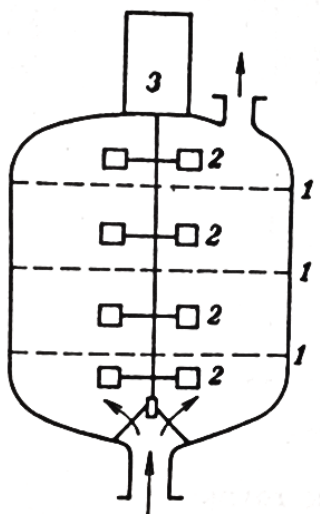
a) Rychlé míchání

Tento typ míchání je dán hodnotami středního rychlostního gradientu, který se pohybuje od 100 až 1000 s⁻¹ a doba tohoto míchání probíhá v jednotkách minut. Využívá se k homogenizaci činidel v průtočné míchané nádrži, kde vzniklé vločky tvoří základ pro shlukování, které probíhá při pomalém míchání. V první části této nádrže se nacházejí vertikální míchadla, která rychlým mícháním provádějí homogenizaci odpadní vody a činidla sloužícího k čiření. Vzniklá suspenze přechází do další části nádrže, kde se nacházejí horizontálně uložená míchadla, jež provádějí pomalé míchání, při němž dochází ke shlukování (agregaci). Vhodnou intenzitou pomalého míchání se vytváří velké dobře sedimentující vločky. Rozhodující vlastnosti suspenze jsou vytvořeny během procesu rychlého míchání. Rychlé míchání je prováděno mechanicky míchadly nebo hydraulicky pomocí fluidní vrstvy zrnitého materiálu. [16, 20, 22, 23, 24]

a1) Mechanické míchání

Střední rychlostní gradient se vypočítává pomocí speciálního vzorce, jenž platí i pro pomalé míchání, ale optimální hodnota středního rychlostního gradientu se pro daný koagulant a vodu zjišťuje pomocí modelového pokusu. Míchání probíhá v tlakové

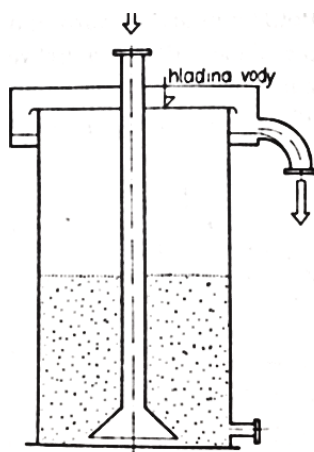
flokulační komoře (viz *obrázek 4*), která má klenuté dno a je rozdělena na 4 oddíly, které jsou samostatně promíchávány pomocí šestilopátkového míchadla.



Obrázek 4: Tlaková flokulační nádrž [22]

a2) *Hydraulické míchání*

Jak už bylo řečeno, k míchání se využívá fluidní vrstva zrnitého materiálu. Tento typ míchání se provádí v ocelové nádrži obdélníkového půdorysu, kde směs koagulantu a vody proudí ode dna směrem nahoru. Tím pádem je zrnitý materiál, jehož každá částice funguje jako míchací element, pořád ve vznosu (viz *obrázek 5*). Výhodou tohoto principu je dokonalé rozložení energie v celém objemu, což znamená, že intenzita míchání je v celém objemu nádrže stejná. [16, 20, 22, 23, 24]



Obrázek 5: Fluidní ocelová nádrž [22]

b) Pomalé míchání

Toto míchání je dáno hodnotou středního rychlostního gradientu, který je menší než 100 s^{-1} a doba míchání se pohybuje v desítkách minut. Cílem tohoto míchání je vytvoření velkých částic, které musejí mít co největší sedimentační rychlost. Optimální hodnotu gradientu je nutno zjistit na pokusném modelovém zařízení, stejně jako u rychlého míchání. Například gradient u hlinitých koagulantů je menší než 25 s^{-1} . Proces se provádí ve vložkovacích nádržích a to mechanicky, hydraulicky a pomocí provzdušňování.

b1) Mechanické míchání

Tento typ je jeden z nejpoužívanějších, provádí se míchadly ve tvaru lopatek či pádlových kol, které jsou v horizontální nebo vertikální poloze. Otáčivým pohybem je dosaženo žádoucího rychlostního gradientu.

b2) Hydraulické míchání

Provádí se v soustavě děrovaných stěn, kdy se při vstupu proudnice sbíhají, ale při výstupu se rozbíhají, což vytváří vhodný rychlostní gradient. U tohoto způsobu míchání se používá nádrž, ve které je míchací prostor a usazovací prostor spojen v jeden, což je pozitivní, poněvadž nedochází k rozbíjení částic při přechodu do usazovací nádrže.

b3) Provzdušňované vložkovací nádrže

Používá se stlačený vzduch a rychlostní gradient se vytváří kolem vzduchových bublin. Pokud je dostatečná koncentrace jemných bublin, tak se gradient mění v malém rozmezí. [16, 20, 22, 23, 24, 26]

3 SHRUTÍ ZÁKLADNÍCH VLASTNOSTÍ MIKRONOVÝCH ČÁSTIC VE VODNÉM PROSTŘEDÍ

Mikronové částice jsou částice o velikosti v rozmezí 10^{-9} až 10^{-6} m (mikrometry = mikrony). Z hlediska disperzních soustav (disperze) jsou částice o této velikosti nazývány koloidní disperze. Disperzní soustavy jsou soustavy, které jsou složeny ze dvou základních složek - *disperzní fáze* a *disperzní prostředí*. Disperzní prostředí neboli dispergens vytváří spojitou část soustavy, v níž je rozptýlena disperzní fáze neboli disperzní podíl, známý také jako dispersum. [1, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35]

3.1 Druhy disperzních soustav

Většina disperzí patří mezi vícesložkové systémy, které jsou ovlivňovány řadou faktorů, jako je například velikost disperzních částic, počet fází v systému, tvar částic, vztah mezi částicemi a disperzním prostředím, skupenství disperzní fáze a disperzního prostředí, aj. [1, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34]

Podle velikosti částic

Velikost částic disperzní soustavy charakterizuje jemnost, s jakou je disperzní fáze rozptýlena do disperzního prostředí. Nejčastěji se vyjadřuje lineárním rozměrem a hmotností, dále objemem nebo plochou. Často se také vyjadřuje stupněm disperzity, což je převrácená hodnota lineárního rozměru částice (poměr povrchu částic k jejich objemu.). Pokud je fáze jemněji rozptýlená, má vyšší stupeň disperzity. *Monodisperzní* nebo také *uniformní* soustavy mají všechny částice disperzní fáze se stejnou velikostí. Disperzní soustava, která má různou velikost částic disperzní fáze, se nazývá *polydisperzní* neboli *neuniformní* soustava. Existuje ještě třetí typ, a to *paucidisperzní* soustava, což je soustava obsahující částice několika velikostí.

Podle velikosti stupně disperzity se disperzní soustavy dělí na analytické, koloidní a hrubé, mezi nimiž je plynulý přechod, nejde o ostře rozdělené skupiny (viz *tabulka 1*). [1, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35]

Tabulka 1: Klasifikace disperzních soustav [1]

Analytické disperze	Koloidní disperze	Hrubé disperze
$d < 10^{-9}$ m	10^{-9} m $< d < 10^{-6}$ m	$d > 10^{-6}$ m
homogenní soustavy	mikroheterogenní soustavy	makroheterogenní soustavy
nefiltrované	filtrované přes ultrafiltry	filtrované přes filtrační papír
termodynamicky stálé	termodynamicky stálé i nestálé	nestálé
vykonávají velmi intenzivní tepelný pohyb	vykonávají intenzivní Brownův pohyb	jemnější suspenze vykonávají Brownův pohyb
vysoká difúze a osmóza	slabá difúze a osmóza	osmóza a difúze není
kineticky velmi stálé	kineticky poměrně stálé	kineticky nestálé

Analytické disperze obsahují částice o velikosti do 1 nm (1000 μ m) a jsou to roztoky nízkomolekulárních látek, jež obsahují disperzní částice. Většinou jde o molekuly a ionty, které jsou velikostně srovnatelné s molekulami disperzního prostředí. Zda tato disperze obsahuje dvě nebo více složek, se prokáže pouze chemickou analýzou, nepomůže ani elektronový mikroskop.

Koloidní disperze nemají jednotnou dolní a horní hranici velikosti koloidních částic. Jako horní hranice se udává rozměr částice, odpovídající rozlišovací schopnosti nejlepších optických mikroskopů, tj. cca 1 μ m, a jako dolní hranice bývají rozměry částic od 1 do 5 nm. Podrobné vlastnosti těchto disperzí jsou popsány v kapitolách 2.2 až 2.6.

Hrubé disperze větší než cca 50 μ m, tedy částice rozpoznatelná pouhým okem, se nazývají *makrodisperzní*. Pakliže jsou částice viditelné optickým mikroskopem, tedy o velikosti do 1 μ m, jedná se o systém *mikrodisperzní*. [1, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34]

3.1.1 Podle tvaru částic

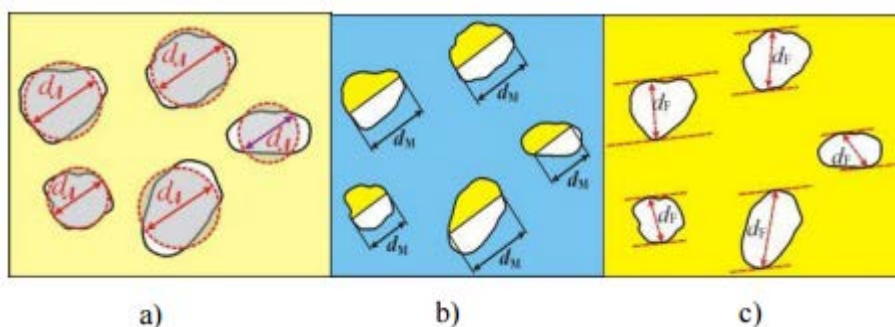
Jestliže obsahuje disperzní soustava částice s různým tvarem, jedná se o *heterodisperzní* soustavu. Pokud obsahuje soustava naopak částice se stejným tvarem, jde o soustavu *homodisperzní*.

Systémy s částicemi, které mají ve všech třech prostorových směrech přibližně stejné rozměry (izometrické částice), se nazývají *globulárně* disperzní soustavy.

U *fibrilárně* disperzních soustav převládají anizometrické částice, což jsou částice, které jsou protáhlé v jednom směru, tedy ve tvaru vláken či tyčinek. Pokud převládají dva rozměry, částice mají tvar destiček a systém se nazývá *laminárně* disperzní soustava.

Deformabilita disperzních částic, což je schopnost měnit tvar, je spojena s poslední zvláštní třídou částic, ve které jsou ohebné větvené nebo lineární makromolekuly, které díky účinku tepelného pohybu neustále mění svůj tvar. Vyskytují se například u emulzí - disperzní fázi jsou kapičky, anebo u pěn - disperze plynných bublin v kapalině.

U nepravidelného tvaru disperzních částic se lineární rozměr vyjadřuje různými způsoby, například Martinovým průměrem, jež je definován jako délka čáry, která půlí plochu průmětu částice. Další způsob je pomocí Feretova průměru, který je definován jako vzdálenost tečen na protilehlých stranách průmětu částice. Posledním typem je vyjádření pomocí plošného průměru neboli Heywoodova průměru, což je průměr kruhu o stejné ploše, jako má plocha průmětu pozorované disperzní částice (viz *obrázek 6*). [1, 27, 28, 30, 31, 32, 33, 34]



Obrázek 6: a) Martinův průměr, b) Feretův průměr, c) Heywoodův průměr [1]

3.1.1 Podle počtu fází

Heterogenní neboli nestejnorodou disperzní soustavu tvoří dvě fáze, kde jedna vytváří disperzní prostřední a druhá disperzní fázi. Mezi jejich částicemi se vytváří určitá hranice, která se odborně nazývá fázové rozhraní. Typickým příkladem heterogenní soustavy je směs vody a malého množství oleje. Existují i jednosložkové heterogenní soustavy, ale tyto soustavy vznikají ojediněle a jsou velmi málo stabilní. Typickým příkladem je vlhká pára. Částice heterogenní soustavy mohou být velké, ale i malé, proto je lze pozorovat optickým mikroskopem, který se specializuje na velké částice anebo elektronovým mikroskopem, který slouží k pozorování menších částic.

Opakem heterogenní soustavy je homogenní neboli stejnorodá disperzní soustava, v níž se nacházejí dvě složky, ale jen jedná fáze a disperzní fáze je rozptýlena ve velmi drobných částicích o velikosti atomů, molekul či iontů. Proto se zde nevyskytuje fázové rozhraní mezi těmito částicemi a disperzním prostředím. Typickým příkladem jednofázové dvousložkové soustavy je směs vody a rozpuštěného cukru. Tyto systémy jsou opticky homogenní, nelze v nich rozptýlenou fázi opticky rozlišit. [1, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34]

3.2 Druhy koloidních soustav

Koloidní soustavy se dělí do několika skupin podle několika kritérií jako například podle skupenského stavu disperzní fáze a disperzního prostředí. Lze je rozdělit do 8 skupin (viz *tabulka 2*). *Aerosoly* jsou soly s plynným disperzním prostředím (aer = vzduch) a *lyosoly* jsou soly s kapalným disperzním prostředím (lyos = rozpouštědlo). Lyosoly, což jsou koloidní soustavy s kapalným disperzním prostředím a s pevnou disperzní fází, se dále dělí podle vlastností fázového rozhraní.

První skupinou jsou *lyofobní* soustavy, což jsou heterogenní systémy s ostře vymezeným fázovým rozhraním, jež jsou většinou tvořeny anorganickými látkami, nevznikající samovolně a bez stabilizace jsou termodynamicky nestabilní. Pokud je disperzní prostředí u těchto soustav tvořeno organickou kapalinou, pak jsou tyto soustavy nazývány *organosoly*, a pokud jsou tvořeny vodou, nazývají se tyto lyofobní soustavy *hydrofobní*.

Zato *lyofilní* soustavy mají fázové rozhraní rozprostřeno do větší šířky. Jde o homogenní koloidní systémy, které jsou tvořeny vysokomolekulárními látkami vznikající samovolně a jsou termodynamicky velmi stabilní, proto se často nazývají jako *koloidní roztoky*. Soustavy, kterých je disperzní prostředí voda se nazývají *hydrofilní* koloidní soustavy. [1, [27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34]

Poslední třetí skupinou jsou *asociativní* známé též jako *micelární* koloidy, jež vznikají spojením molekul povrchově aktivních látek v útvary o koloidní velikosti. Tyto soustavy nemají definované fázové rozhraní, protože pořád dochází k výměně molekul povrchově aktivní látky mezi disperzním prostředím a koloidní částicí. Speciálním případem koloidních soustav jsou *gely*, které mají schopnost přechodu z kapalné fáze do pevné. Gely mohou tvořit jen některé lyofobní koloidy, ale zato celá řada lyofilních

koloidů, jejichž částice mají schopnost, za určitých podmínek, vytvářet trojrozměrné pevné síťové soustavy.

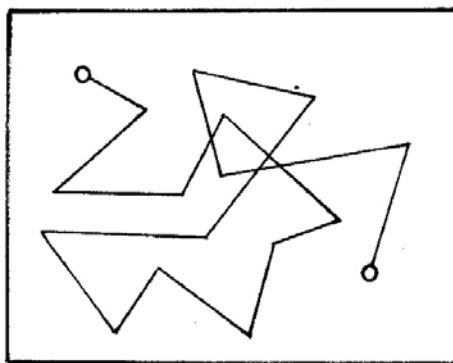
Tabulka 2: Klasifikace koloidních disperzí [1, 22]

Disperzní prostředí	Disperzní fáze	označení koloidní disperze
plynné	plynná	netvoří koloidní disperzi
	kapalná	aerosoly
	pevná	aerosoly
kapalné	plynná	pěny
	kapalná	emulze
	pevná	lyosoly
pevné	plynná	tuhé pěny
	kapalná	tuhé emulze
	pevná	tuhé soly

3.3 Kinetické vlastnosti koloidních soustav

3.3.1 Brownův pohyb

Tento jev byl poprvé zaznamenán, biologem Robertem Brownem v roce 1827, při pozorování pylového zrna ve vodě. V roce 1905 tento jev objasnil Albert Einstein. Podstatou tohoto jevu je vliv tepelného pohybu, což má za následek narážení molekul disperzního prostředí do koloidních částic. Čím vyšší teplota a menší velikost částic, tím intenzivnější je tento pohyb. Brownův pohyb se vyskytuje při sedimentaci a difúzi a má velký vliv na stabilitu koloidních soustav (viz *obrázek 7*). [1, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 36]



Obrázek 7: Schéma Brownova pohybu [22]

3.3.2 Difúze a osmóza

Difúze se projevuje Brownovým pohybem a základní hnací silou je rozdíl koncentrací (koncentrační gradient) difundující látky. Směr difúze je vždy ve směru koncentračního gradientu, tedy z prostředí s vyšší koncentrací do prostředí s nižší koncentrací.

Osmóza je jev, kdy nastává vyrovnání nestejných koncentrací roztoků, které se stýkají přes polopropustnou (semipermeabilní) membránu. Přes ni pronikají jen molekuly rozpouštědla, protože částice větších rozměrů neprojdou póry membrány. Nejčastěji dochází k vyrovnání koncentrací roztoku a rozpouštědla, což vede k toku rozpouštědla do roztoku, což je opak difúze. Základní hnací silou je osmotický tlak, který je závislý na velikosti částic. Osmóza se využívá při oddělení koloidů od nízkomolekulárních látek. Mezi metody založené na tomto principu patří ultrafiltrace, dialýza, elektrofiltrace a elektrodialýza. [1, 3], 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34]

3.3.3 Sedimentace

Koloidní částice se díky vlivu gravitace pohybují (usazují) ve směru působení její síly (sedimentují). Pohyb částic je závislý na jejich tvaru, hustotě, hmotnosti a vlastnostech prostředí, kde se částice pohybují. Například vysoce disperzní soustavy nesedimentují. Proti každé částici kulovitého tvaru působí vztlaková síla a viskozitní odpor, vztah těchto sil je obsažen ve Stokesově vztahu (viz rovnice (6)), na němž závisí celý proces sedimentace. [1, 3, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34]

$$F_g = F_{vz} + F_{vis} \quad (6)$$

kde F_g je gravitační síla, F_{vz} vztlaková síla a F_{vis} je viskozitní odpor.

Kinetická stálost je závislá na poměru rychlosti sedimentace a difúze. Sedimentačně (kineticky) stálé částice jsou částice o velikosti pod 100 nm, které jsou schopné se udržet v celém objemu disperzní fáze a působí tedy proti sedimentaci a probíhá tedy jen difúze. Při sedimentační rovnováze se rychlosti sedimentace a difúze sobě rovnají. Pokud je sedimentační rychlost větší, dochází pouze k sedimentaci. K sedimentaci se mohou používat i centrifugy, kde působí místo gravitační síly síla odstředivá. [1, 3, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34]

3.4 Stabilita koloidních soustav

Jedná se schopnost disperzních soustavy bránit se průběhu procesů, které mění jejich strukturu, velikost částic a s tím spojený stupeň disperzity. Mezi faktory ovlivňující stabilitu patří koncentrace disperzních částic, skupenství, typ a složení disperzního prostředí a disperzní fáze. Rozlišuje se agregátní a kinetická stabilita.

a) Agregátní stabilita

Jde o stálost, při které si systém zachovává svůj stupeň disperzity, protože je disperzní fáze rozptýlena na částice o velikosti 1 nm až 1 μ m, tudíž má systém velkou mezifázovou sílu, vysoký disperzní stupeň a ještě navíc plochu fázového rozhraní. Přechod do stavu s nižší disperzitou je spontánní a může probíhat mnohými mechanismy, jako například shlukováním částic, koagulací a Ostwaldovým zráním.

a1) *Shlukování* - jiným názvem agregace, je proces, kdy při dosažení dostatečné vzdálenosti mezi částicemi dochází ke spojení, a to vlivem přitažlivých sil. Tímto způsobem se částice (agregáty) postupně spojují s ostatními, až dosáhnou určité hmotnosti (makroheterogenní systém) a začnou sedimentovat. Proces se dá ovlivňovat pomocí stabilizace, a to vytvořením ochranné vrstvy povrchu částice, což se provádí dvěma - způsoby pomocí elektrické dvojvrstvy a pomocí stérické stabilizace. [1, 3, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34]

- *Stabilizace elektrickou dvojvrstvou* - zde se vytváří dvojvrstva, která je tvořena částicemi s elektricky nabitým povrchem, které k sobě přitahují druhé částice

s opačným nábojem. Vznikají částice se stejným nábojem, a proto se při shlukování navzájem odpuzují díky odpudivým elektrostatickým silám. A tím pádem nedochází k další agregaci.

- *Stérická stabilizace* - je tvořena vrstvou molekul, které jsou schopny silné adsorpce lyofobních částic a současně jsou dobře rozpustné v disperzním prostředí. Lyofobní částice tím získá lyofilní povrch a stane se z ní stabilní nekoagulující částice.

a2) *Ostwaldovo zrání* - jde o jev, při němž dochází k přechodu koloidních částic na částice větší velikosti (hrubé disperze), pomocí izotermního převodu látky. Mezi faktory ovlivňující rychlost jevu patří rozpustnost disperzní fáze v disperzním prostředí, difuzní koeficient a mezifázové napětí. Tento jev probíhá u částic, které nevykonávají Brownův pohyb a u částic, kterým se rychle mění stupeň disperzity, se izotermní převod uplatňuje jen nepatrně. Typickým příkladem je na horách přeměna prachového sněhu na hrubozrnný sníh.

b) *Kinetická stabilita*

Je stálost, při které si systém zachovává rozdělení částic v gravitačním poli. Proti sedimentaci působí difúze a konvekce a sedimentační rychlost roste s rozměrem částic a rozdílem hustot mezi disperzní fází a disperzním prostředím. U difúze její rychlost roste s teplotou, ale klesá s poloměrem částic. Díky tomuto vztahu se látky rozdělují na velmi stálé (pravé roztoky), relativně stálé (koloidní systémy) a nestálé (hrubá disperze). Stálost disperzních soustav se pohybuje ve velkém rozmezí od prakticky úplné nestability po prakticky úplnou stálost. Pochody, které nevedou k viditelným změnám ve vzhledu systému, se nazývají jako stárnutí. (viz kapitola 3.3.3 str. 18) [1, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34]

3.5 Reologické vlastnosti koloidních soustav

Reologie je nauka zabývající se deformací a tokem, které vznikají vlivem působení vnějších mechanických sil. Chování hmoty se rozděluje na tři typy:

- *Elastické chování*: hmota se navrácí do původního stavu a po ukončení silového působení deformace vymizí.
- *Viskoelastické chování*: po ukončení silového působení se tok, který vzniká působením sil (tzv. nevratná deformace), zastaví.

- Viskózní chování: odezva na silové působení závisí na době tohoto působení. [1, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34]

3.5.1 Viskozita

Jde o vlastnost, která charakterizuje vnitřní tření kapaliny vůči toku a závisí zejména na přitažlivých silách mezi jednotlivými částicemi. Základní popis viskózního proudění je obsažen v Newtonově zákoně viskózního toku. Proudění je pohyb kapalin způsobený vlivem sil, čímž dochází k přeskupování molekul kapaliny ve směru proudění. Částice, které se pohybují, mají svou určitou rychlost a směr. Tyto parametry se mohou měnit v závislosti na čase a místě. Proudění se dělí na:

- *Laminární proudění* - vyskytuje se v kapalinách s částicemi s malou pohybovou rychlostí a s vysokou intenzitou mezimolekulových přitažlivých sil a proto se směr pohybu příliš nemění a viskózní kapalina se pohybuje ve vrstvách. Při toku kapaliny v trubici jsou vrstvy, které se nacházejí blíže středu trubice rychlejší, a tím dochází k přeskupování molekul.
- *Turbulentní proudění* - je opak laminárního proudění. Vyskytuje se tedy u kapalin s vysokou rychlostí se slabými mezimolekulovými přitažlivými silami, a proto dochází ke změně směru pohybu částic a vznikají víry.

Dynamická viskozita je vlastnost tzv. vnitřního tření v kapalinách, která se projevuje odporem, který klade kapalina pohybujícímu se tělesu, nebo brzdícími účinky v kapalině. Převrácená hodnota dynamické viskozity se jmenuje *fluidita*. *Kinematická viskozita* je podíl dynamické viskozity a hustoty kapaliny.

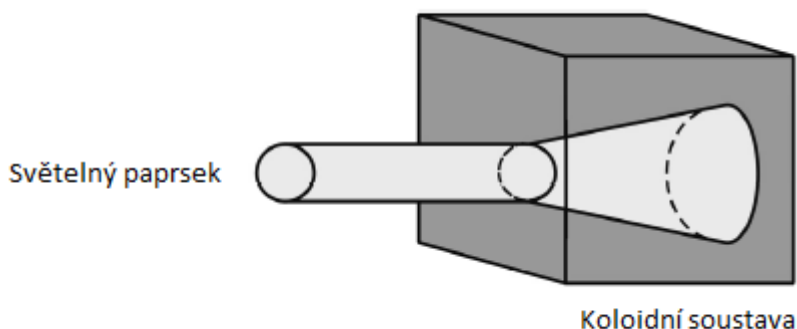
Kapaliny, které mají charakter definován podle Newtonova zákona, se nazývají *newtonovské*, mezi něž patří pravé roztoky a běžné čisté kapaliny. Opakem těchto kapalin jsou *nenewtonovské*, u nichž se mění viskozita se změnou působící síly - typickým příkladem jsou koncentrované koloidní disperze, suspenze a emulze. *Tixotropie* je jev probíhající u některých disperzích při smykovém namáhání, kdy dochází k poklesu viskozity za určitý čas a je-li pak tento systém ponechán v klidu, dojde k obnovení původní vysoké viskozity. Tento jev se využívá v průmyslu barev. *Reopexie* je opak tixotropie. [1, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33]

3.6 Optické vlastnosti koloidních soustav

Pokud dopadá světelný paprsek, což je elektromagnetické záření, na koloidní soustavu dochází jak k rozptylu, tak k absorpci dopadajícího světelného záření a podle chemického složení disperzní fáze a velikosti částic pak jeden z těchto jevů převládá. Jsou výrazně nelineárně závislé na velikosti přítomných částic koloidní soustavy.

3.6.1 Rozptyl

Při průběhu tohoto jevu nedochází při pohlcení kvanta světelné energie ke změně energetických stavů vazebných (valenčních) elektronů, ale přijatá energie je vyzářena náhodně všemi směry beze změny své vlnové délky, tento efekt je nazván jako elastický odraz fotonu od částice. Rozptyl je velmi složitý jev, jenž obsahuje odraz, ohyb, lom a interferenci světla. Interference světla je jev, kdy se setkávají alespoň dvě vlny, které se navzájem zesilují či zeslabují nebo úplně vyruší. Rozptyl byl objeven Michaelem Faradayem, ale podrobně studován byl Johnem Tyndallem v 19. století, po němž se jmenuje efekt rozšiřujícího se paprsku procházejícího koloidní disperzí (viz *obrázek 8*). [1, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34]



Obrázek 8: Tyndallův jev [27]

V roce 1871 pan Rayleigh vypracoval teoretický popis rozptylu světla na koloidech, ale tato teorie je omezena na dostatečně malé kulové částice, které nevykazují vlastní adsorpci světla a jsou v dostatečné vzdálenosti od sebe. Z této teorie je patrné, že rozptyl světla roste s rostoucí velikostí koloidní částice a s klesající vlnovou délkou světla, tím pádem jde získat informace o koncentraci a velikosti částic v disperzi. Pakliže se nahradí klasický zdroj světla v podobě výbojky nebo žárovky laserem, dojde k v určitých směrech

k interferenci rozptýleného záření, což způsobí zesílení intenzity rozptýleného záření. Na tomto principu dnes funguje celá řada přístrojů pro stanovení velikosti koloidních částic.

Optickými metodami nelze přímo pozorovat koloidní částice, protože jejich rozměry leží pod rozlišovací schopností mikroskopů. Mikroskopy, které používají normální obyčejné světlo, dokážou rozlišit částice o velikosti 200 nm, kdyžto mikroskopy pracující s ultrafialovým světlem zobrazí částice o velikosti 100 nm. Speciální ultramikroskop dokáže zaznamenat částice o velikosti nad 2 nm. Mezi jiné metody, které dokážou charakterizovat velikost koloidních částic, patří mikroskopie atomárních sil, která je založena na odpuzivých a přitažlivých interakcích mezi atomy. [1, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34]

3.6.2 Absorpce záření

Při tomto jevu dochází k pohlcení energetického kvanta záření, což způsobuje změnu energetických stavů valenčních elektronů. Dochází tedy ke zvýšení vnitřní energie molekul a ta se přemění na energii tepelnou. Adsorpci světla popisuje Lambert-Beerův zákon (viz rovnice (7)).

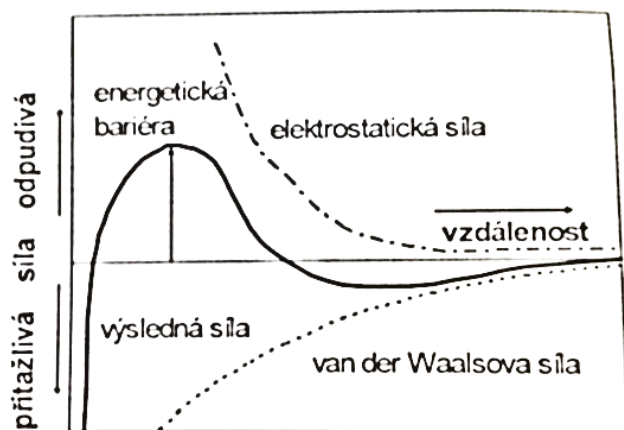
$$A = -\log \frac{I}{I_0} \quad (7)$$

kde I znamená intenzita záření prošlého látkou A a I_0 je intenzita dopadajícího světla na látku. Podle tohoto zákona lze pozorovat zejména elektricky vodivé koloidní částice jako je například zlato. [1, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34]

3.7 Elektrické vlastnosti koloidních soustav

Elektrokinetické jevy (viz *obrázek 9*), jsou jevy, při nichž se elektricky nabitě částice disperzní fáze pohybují vůči disperznímu prostředí. Mezi tyto jevy patří elektroosmóza a elektroforéza, kde dochází k pohybu částic vlivem vnějšího elektrického pole. Dále sem patří sedimentační potenciál a potenciál proudění, které fungují na opačném principu než elektroforéza a elektroosmóza, totiž že mechanický pohyb disperzních částic vytváří elektrické pole. Někdy je možno se setkat s označením, že jde o inverzní jevy. Všechny tyto jevy jsou vyvolány elektrickým nábojem na fázovém rozhraní mezi disperzním prostředím a fází. Díky tomu dochází k uspořádání opačných nábojů v blízkosti

rozhraní a tato nabitá vrstva se nazývá *elektrická dvojvrstva*. [1, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34]



Obrázek 9: Působící síly [16]

PRAKTICKÁ ČÁST

4 VYPRACOVÁNÍ METODICKÝCH POSTUPŮ PRO ONLINE MIKROSKOPII DISPERGOVANÝCH ČÁSTIC V ROZTOCÍCH

Tato kapitola se zabývá popisem metodiky, která byla provedena u všech tří experimentů.

U všech experimentů byly použity tyto instrumenty – FBRM sonda G400 od firmy Mettler Toledo, PVM sonda V819 také od firmy Mettler Toledo, příslušné softwary k sondám (iControl), automatické míchadlo s ručním nastavením otáček, stolní počítač (viz *obrázek 11*) a mobilní telefon iPhone 4s. U experimentu 2 a 3 byla použita nekonzentrovaná chemikálie Flokor 1,2 A. Generované grafy z FBRM sondy popisují závislost času na hodnotách vyjadřující počet signálů doputovaných do detektoru, což znamená, že se jedná o počty interakcí mezi částicemi a vyslaným laserovým paprskem. Hodnoty se vyhodnocují jako rozdíl mezi vyslaným paprskem a reflektivním zpětným paprskem. Dané hodnoty byly označeny jako *counts*, dále v práci jen *county*.

1) Experiment s kaolínem

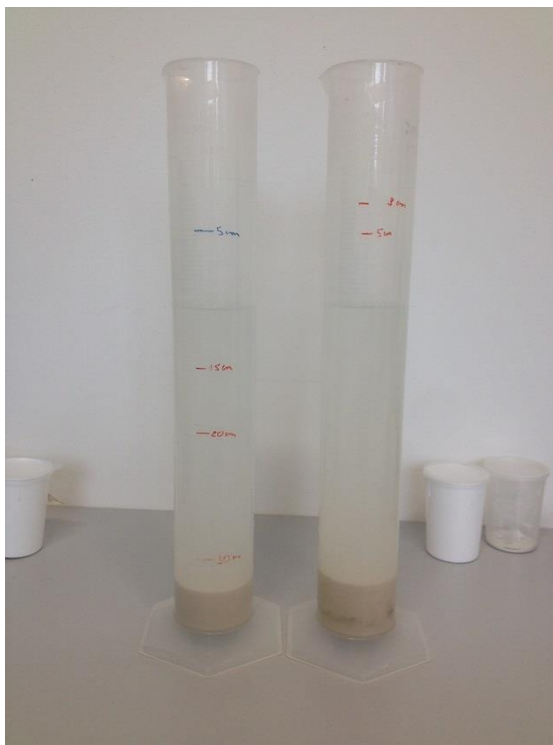
V experimentu byly nejprve vypočteny zrnitostní třídy a to pomocí Atterbergových mezí. Tyto meze slouží k určení soudržnosti zemin v oboru mechanika zemin, kde se určuje mez tekutosti, plasticity a smrštění a jsou někdy označovány jako konzistenční meze. Dále se meze využívají při měření zrnitosti zemin. Tímto způsobem byly zjištěny zrnitostní třídy v experimentu. Třídy byly spočítány pomocí počítačového programu, který vypočítá sedimentační dobu, za kterou se v určité výšce od hladiny nachází určitá zrnitostní třída a to v závislosti na hustotě materiálu v tomto případě kaolínu = 2,2 kg/l (viz *tabulka 3*). [11]

Tabulka 3: Zrnitostní třídy kaolínu (Górnisiewicz, 2017)

zrnitostní třídy [μm]	< 5	5 - 10	10 -50	50 - 100	100 - 200	> 200
výška [cm]	3	5	5	15	20	30
čas	3 h 12 min	51 min	12 min	23 s	30 s	11 s

Pro tento experiment byly použity dva jednolitrové odměrné válce, na kterých byly vyznačeny výšky, ze kterých byly odebrány vzorky do kádinek. Poté se vlila destilovaná

voda a bylo rozmícháno 50 g kaolínu v každém zvlášť. Míchání bylo provedeno ručně pomocí míchací tyčinky a to po dobu 2 min. Po uběhnutí 2 min byly stopovány sedimentační časy vypočtené pomocí Atterbegových mezí. Po uběhnutí určité sedimentační doby bylo odpipetováno 100 ml vzorku z předem určené výšky ve válci, pomocí ruční pipety, do kádinky. Po každém odběru byl doplněn odměrný válec destilovanou vodou do 1 litru (viz *obrázek 10*). [38]



Obrázek 10: Atterbergovy meze (Górnisiewicz, 2017)

Tímto způsobem vzniklo 6 zrnitostních tříd, které byly poté sledovány pomocí sondy FBRM a sondy PVM. Nejprve byly sondy očištěny denaturovaným lihem, pak byly zapnuty příslušné programy od sond a to iControl FBRM a iControl PVM, kde byly nastaveny jednotlivé experimenty, sběr dat a snímků byl nastaven na 10 sekund po dobu 8 hodin. On-line mikroskopie probíhala v kádince o objemu 800 ml, která byla naplněna destilovanou vodou až po rysku a následně byly sondy vloženy do vody. Po ustálení bylo zapnuto míchání, které bylo nastaveno na 330 otáček za minutu. Po ustálení při míchání bylo přidáno 50 ml dané zrnitostní třídy. Po ustálení peaků, které byly vidět v grafu FBRM sondy, bylo míchadlo vypnuto a probíhala sedimentace a následné ustálení. Tímto způsobem byl proveden experiment ještě dvakrát, čili každá zrnitostní třída byla měřena třikrát. Při změně měření zrnitostní třídy bylo nutné vždy kádinku, sondy a míchadlo umýt

2017

a opláchnou destilovanou vodou. Výsledky FBRM a PVM sond byly ukládány do počítače a každá změna v experimentu (například vypnutí a zapnutí míchadla) byla zapsána do laboratorního deníku.

2) *Experiment s hlušinou*

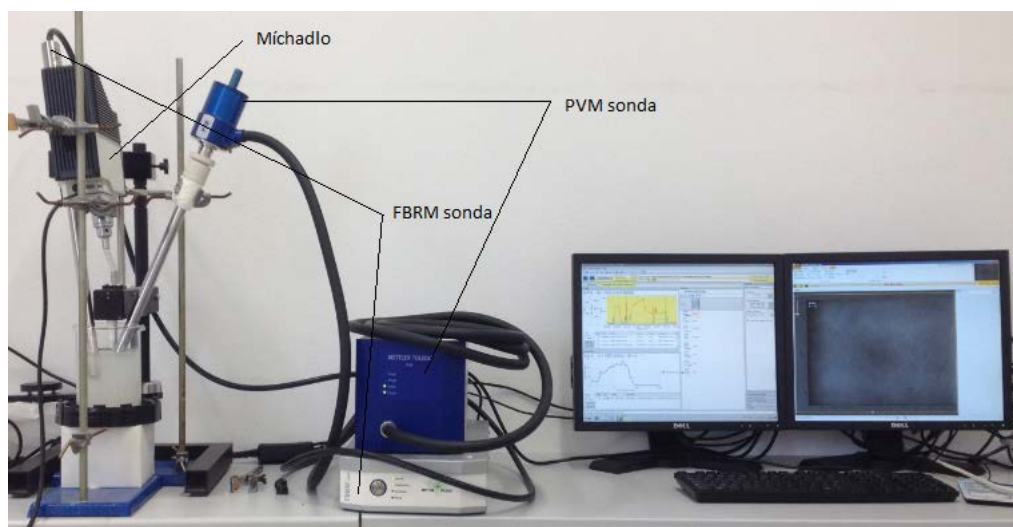
V experimentu byla používána hlušina z úpravny uhlí v Paskově. Nejprve bylo naváženo, na analytických vahách, 8 g hlušiny, která byla poté kvantitativně přenesena do kádinky o objemu 800 ml. Dále byla přidána odstátá kohoutková voda, která byla doplněna po rysku a následovala příprava on-line sond. Doba sběru dat snímků zde byla pozměněna na 2 sekundy po dobu 2 hodin, z důvodu většího množství dat. Pozměněny byly i otáčky, jež byly zvýšeny na 405 za min. Po očištění denaturovaným lihem byly sondy vloženy do směsi hlušiny a vody a bylo zapnuto míchadlo. Míchání trvalo 2 min z důvodu, aby došlo k dokonalé homogenizaci směsi. Po uplynutí 2 min byl nadávkován, pomocí automatické pipety, koagulant Flokor 1,2 A o objemu 0,16 ml. Homogenizace směsi s Flokorem probíhala 1 min a poté bylo míchadlo vypnuto a probíhala sedimentace. Po ustálení vloček na dně kádinky byla směs opět zamíchána po dobu cca 7 min, poté bylo míchadlo vypnuto a znovu byla zaznamenána sedimentace a následné ustálení. Po ustálení byly sondy vyjmuty a důkladně umyty saponátem a destilovanou vodou a denaturovaným lihem, totéž bylo provedeno s kádinkou a míchadlem, protože Flokor byl stále povrchově velmi aktivní. Tímto způsobem byly provedeny celkem tři měření. Změny byly opět zaznamenány do laboratorního deníku a výsledky uloženy do počítače.

3) *Experiment se surovou vodou*

V posledním experimentu byla využita surová voda z úpravny pitné vody v Podhradí u Vítkova, tedy voda z vodní nádrže Kružberk, která zásobuje město Ostrava pitnou vodou.

Do 800 ml kádinky bylo nadávkováno 600 ml surové vody, následně byly do ní vloženy čisté on-line sondy a bylo zapnuto míchání se stejnými otáčkami jako u experimentu s hlušinou. Sběr dat byl také stejný. Po uplynutí cca 12 min bylo vypnuto míchání, po ustálení bylo opět zapnuto. Během míchání bylo nadávkováno 0,03 ml Flokoru 1,2 A a opět byla zahájena homogenizace po dobu 1 min. Poté bylo vypnuto míchadlo a probíhala sedimentace. Po ustálení bylo provedeno poslední míchání, trvající 2 min, potom bylo míchadlo vypnuto. Opět bylo nutností důkladně omýt sondy saponátem, destilovanou

vodou a denaturovaným lihem, totéž u kádinky a míchadla. Tento test byl ještě dvakrát zopakován. Změny byly zaznamenány v deníku.



Obrázek 11: Schéma měřícího zařízení (Górniewicz, 2017)

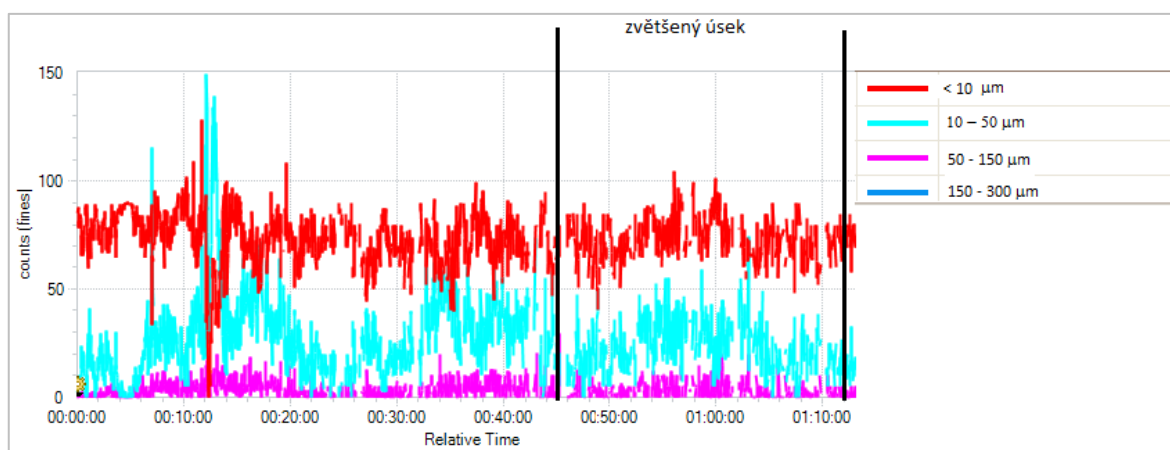
5 SHRUTÍ ZÍSKANÝCH DAT

Tato kapitola se zabývá shrnutím všech výsledků, dat, grafů a obrázků, které byly vytvořeny během tří experimentů (kaolín, hlušina, surová voda). Všechny grafy byly vytvořeny programem iControl FBRM sondy, s výjimkou první kaolínové zrnitostní třídy a u hlušiny, u nichž byl vytvořen navíc i graf, vytvořený PVM sondou. Jinak všechny obrázky byly nasnímány CCD kamerou nacházející se v PVM sondě s měřítkem 50 μm . A posledního experimentu se surovou vodou byly navíc fotky pořízeny mobilním telefonem.

5.1 Experiment s kaolínem

5.1.1 Zrnitostní třída < 5 μm

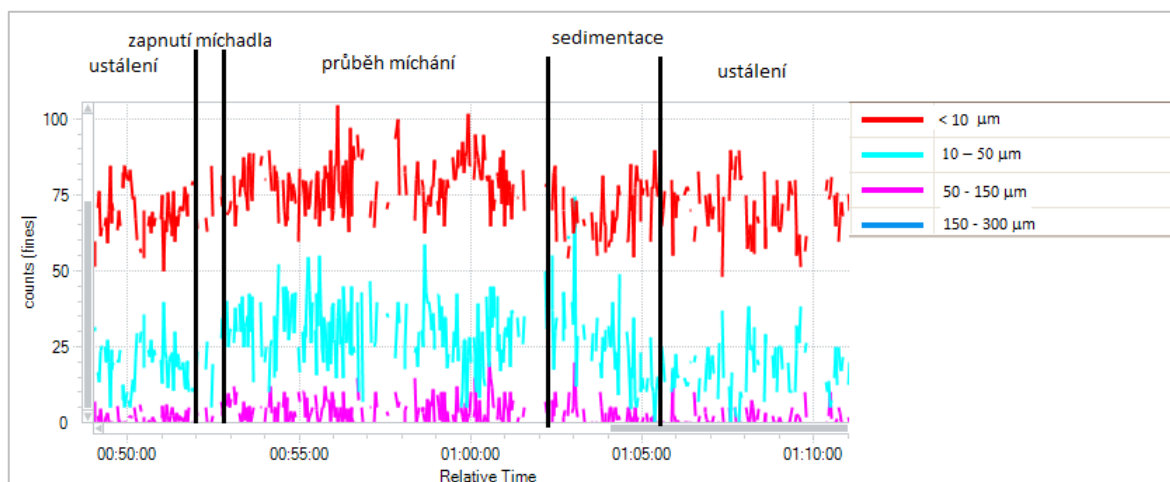
Z grafu 1 lze vyčíst, kdy bylo zapnuto a vypnuto míchání, přesněji bylo zapnuto v časech 7 min, 32 min a 52 min a vypnuto bylo v 19 min, 42 min a v 1 h a 2 min. Ve 12 min byly zaznamenány vysoké hodnoty, které vznikly kvůli čišťení sondy. Podle grafu 1 převahuje v tomto experimentu trend < 10 μm pohybující se mezi 50 až 80 county, což je dobře, protože jsme zde chtěli částice o velikosti < 5 μm . U větších částic než 10 μm , byly viditelné kolísavé změny, závislé na vypínání míchadla. U částic menších než 10 μm toto kolísání nebylo až tak patrné, příčinou byl nejspíš Brownův pohyb nebo elektrostatické síly, které držely částice ve vznosu.



Graf 1: Průběh celého experimentu <5 m (Górnisiewicz, 2017)

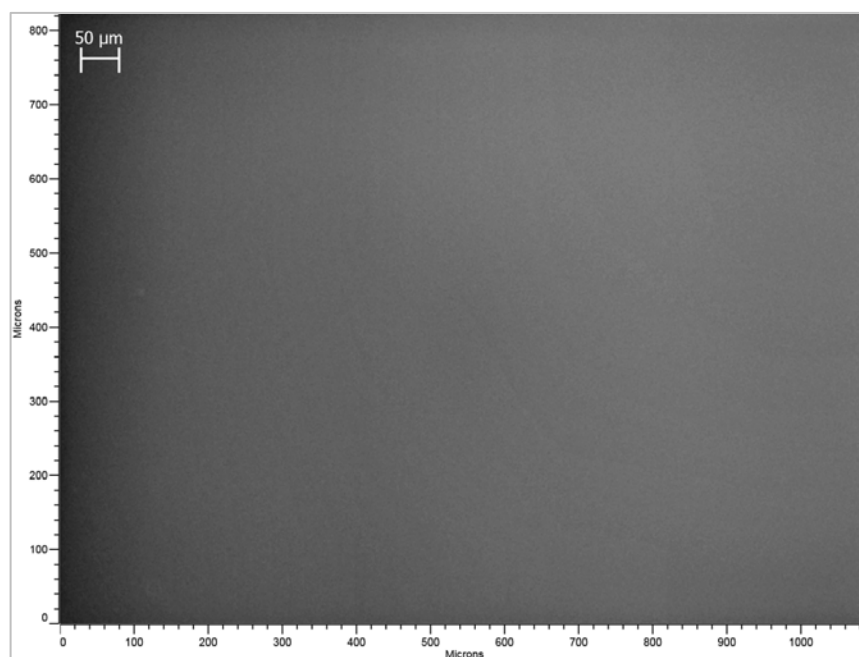
Na grafu 2 byly vyznačeny jednotlivé fáze postupu, z nichž byla patrná přesná doba zapnutí a vypnutí míchadla, průběh sedimentace a konečné ustálení. Bylo zde dobře

zaznamenáno, že nejmenší částice trochu sedimentují, ale bez závislosti na vypnutí míchadla. Čímž se potvrdilo z grafu 1, že tyto částice vykonávají Brownův pohyb. Byl zde zviditelněný velký rozdíl v počtu částic mezi trendem $< 10 \mu\text{m}$ a druhým nejmenším trendem $10 - 50 \mu\text{m}$, jenž je skoro dvojnásobný.

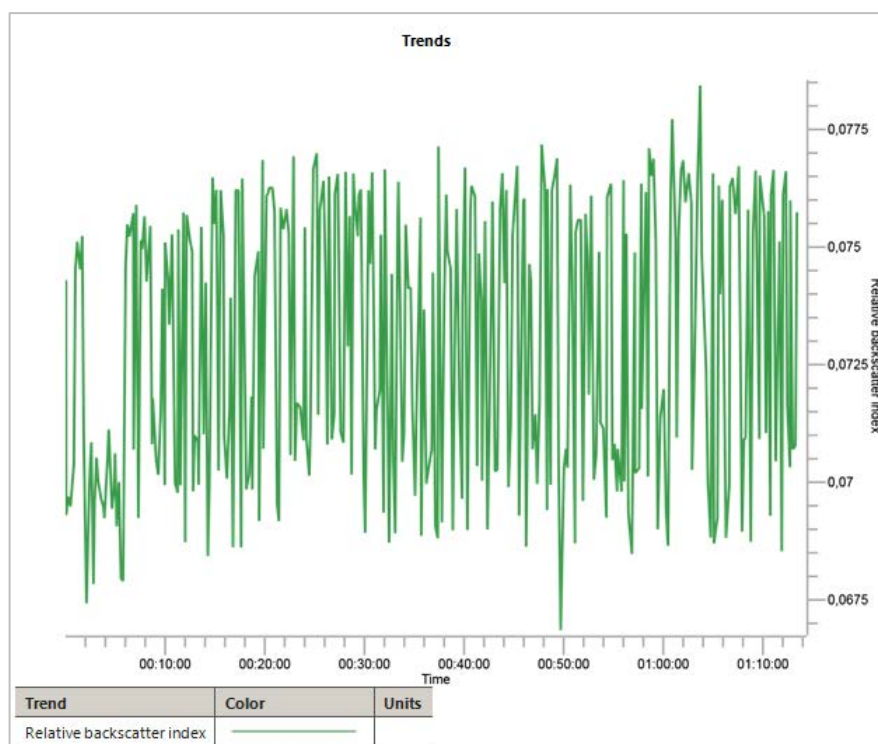


Graf 2: Zvětšený úsek experimentu $< 5 \text{ m}$ (Górnisiewicz, 2017)

Při tak malé velikosti částic $< 5 \mu\text{m}$ bohužel nebyly zaznamenány PVM sondou žádné částice, jak při míchání, tak bez něj (viz *obrázek 12*), což by mělo být pravděpodobně způsobeno optickými vlastnostmi kaolínu, a proto při invertování obrazu nebylo nic vidět. Na *grafu 3* byla znázorněná závislost času na indexu lomu světla odráženého od částic, na němž byla zaznamenána nepřetržitá aktivita, což znamená přítomnost částic zejména malých rozměrů.



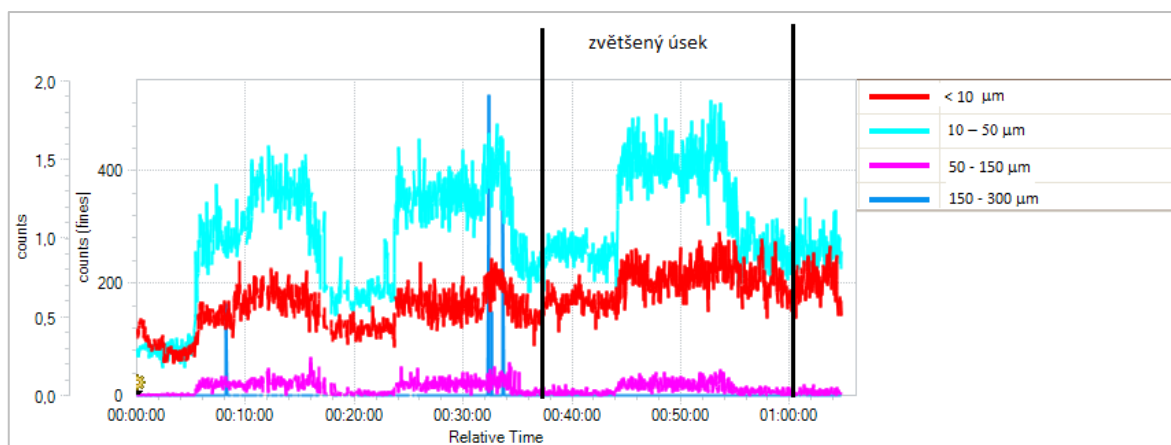
Obrázek 12: > 5 μm během míchání (Górniewicz, 2017)



Graf 3: Závislost indexu lomu $n < 5$ (Górniewicz, 2017)

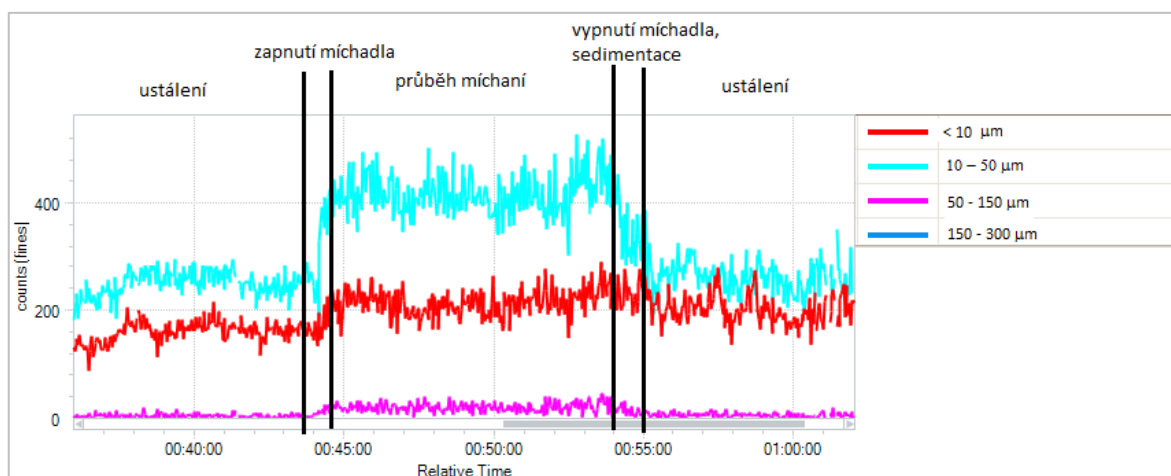
5.1.2 Zrnitostní třída 5 - 10 μm

Z grafu 4 byly viditelné průběhy všech tří měření. Převládající trend byl 10 - 50 μm , což by se v zrnitostní třídě 5 - 10 μm nemělo vyskytovat. Příčina by mohla být, při odebrání vzorku, kde bylo odebráno množství vzorku v určitém rozmezí, a proto byly nejspíš odebrány i větší částice než je 10 μm , takže zrnitostní třída se bude pohybovat v jiném rozmezí cca 7 - 13 μm . Opět bylo možno odečíst dobu vypnutí míchadla v časech 15 min, 33 min, 53 min a doby zapnutí míchání 5 min, 23 min, 43 min.

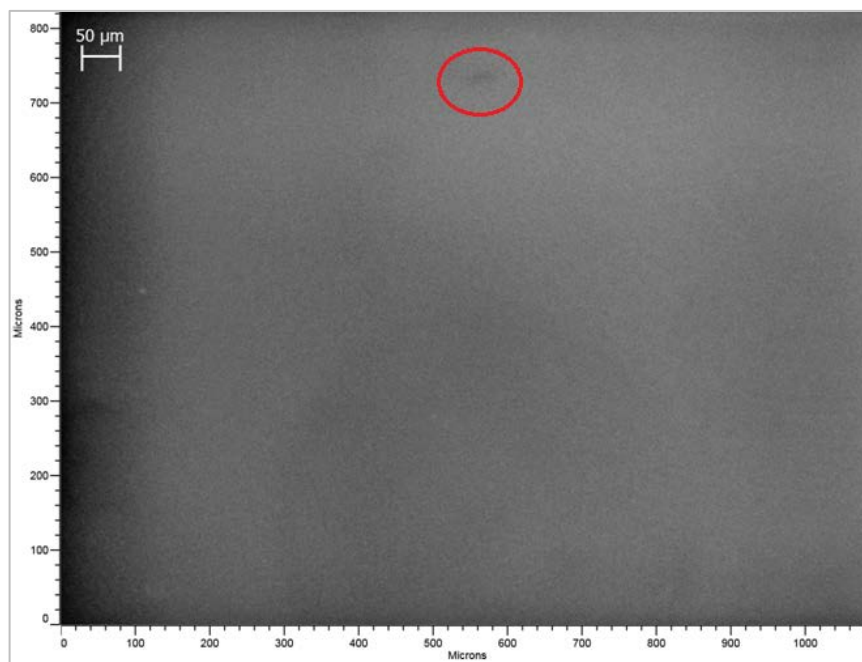


Graf 4: Průběh celého experimentu 5-10 m (Górniewicz, 2017)

V grafu 5 byly vyznačeny jednotlivé fáze experimentů, od ustálení přes míchání, sedimentaci a konečné ustálení. Jak jde vidět na obrázku 13, tak opět i v tomto experimentu nebyly viděny, PVM sondou žádné částice, potenciální částice byla červeně zakroužkována.



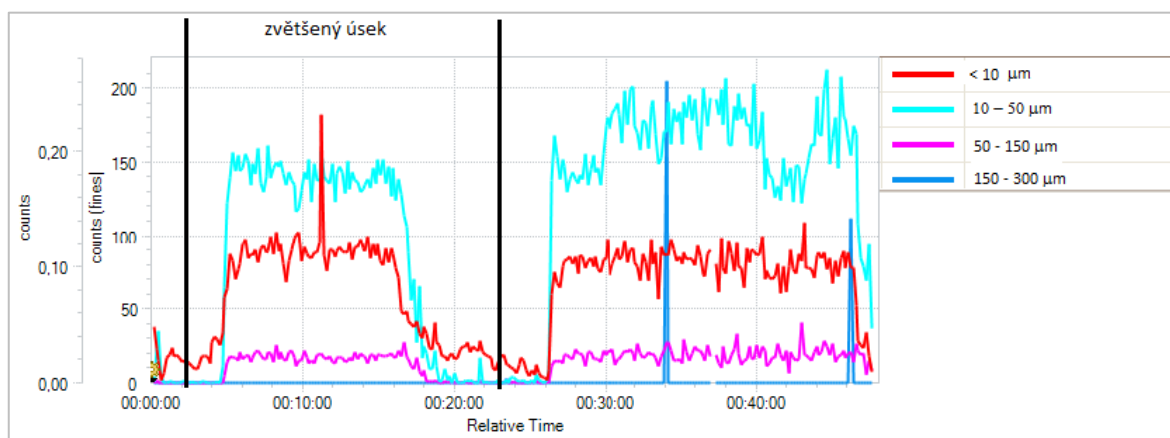
Graf 5: Zvýšený úsek experimentu 5-10 m (Górniewicz, 2017)



Obrázek 13: 5-10 μm během míchání (Górniewicz, 2017)

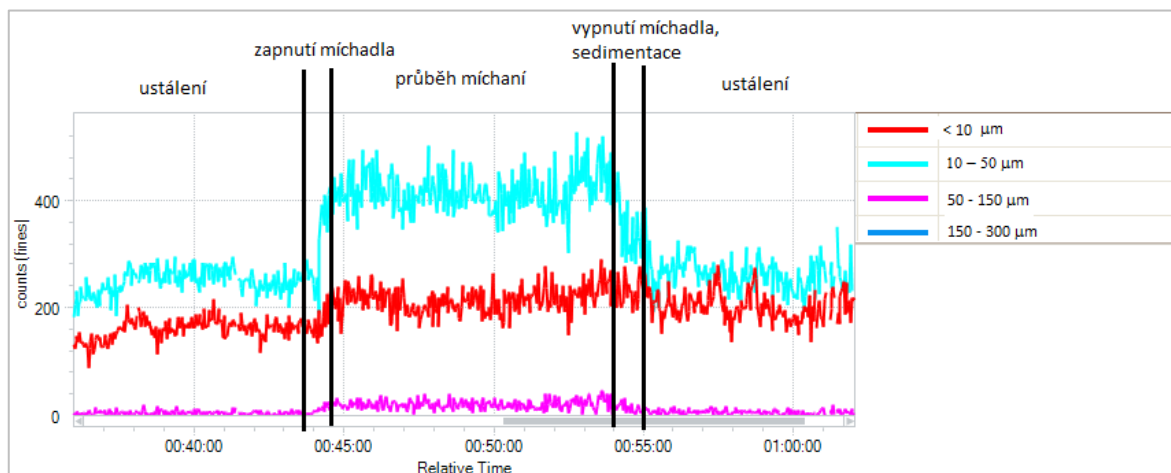
5.1.3 Zrnitostní třída 10 - 50 μm

V tomto experimentu převládal trend 10 - 50 μm, což splňuje třídu se stejným velikostním rozmezím. V grafu 6 byl zaznamenán celý průběh experimentu s časy vypnutí 15 min, 40 min a časy zapnutí míchání 5 min, 25min, 50 min. Byly zde zaznamenány dva peaky trendu 150 - 300 μm, což znamená, že byly nejspíše sondou zaznamenány vzduchové bubliny.



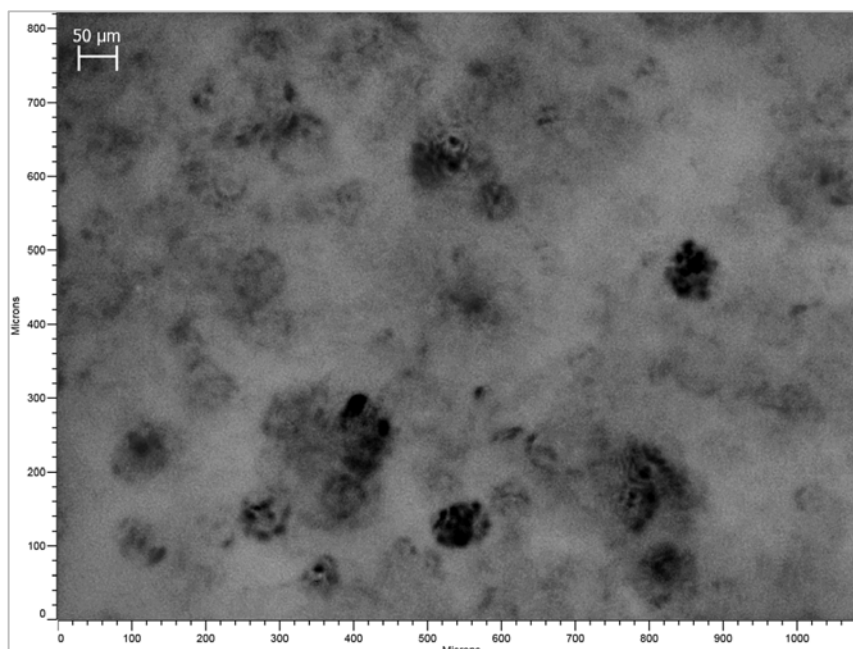
Graf 6: Průběh celého experimentu 10-50 m (Górniewicz, 2017)

U *grafu 7* byly podrobně zaznamenány jednotlivé fáze experimentu - ustálení, míchání, sedimentace, ustálení. Patrný byl rozdíl mezi prvním a druhým trendem, jenž byl dvakrát větší než první.

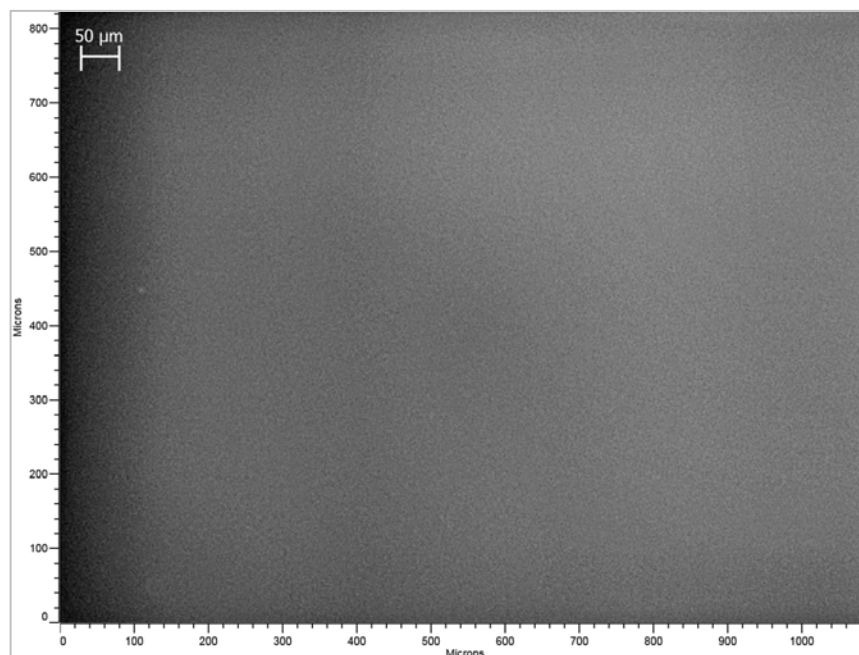


Graf 7: Zvětšený úsek experimentu 10-50 m (Górnisiewicz, 2017)

Na *obrázku 14* byly zaznamenány částice při průběhu míchání a podle měřítka to byly zejména částice o něco málo menší než 50 μm , což potvrzuje záznam grafu 6 a 7. Po vypnutí míchání nebyly vidět žádné částice a *obrázek 15* byl podobný obrázkům zrnitostním třídám < 5 μm a 5 - 10 μm .



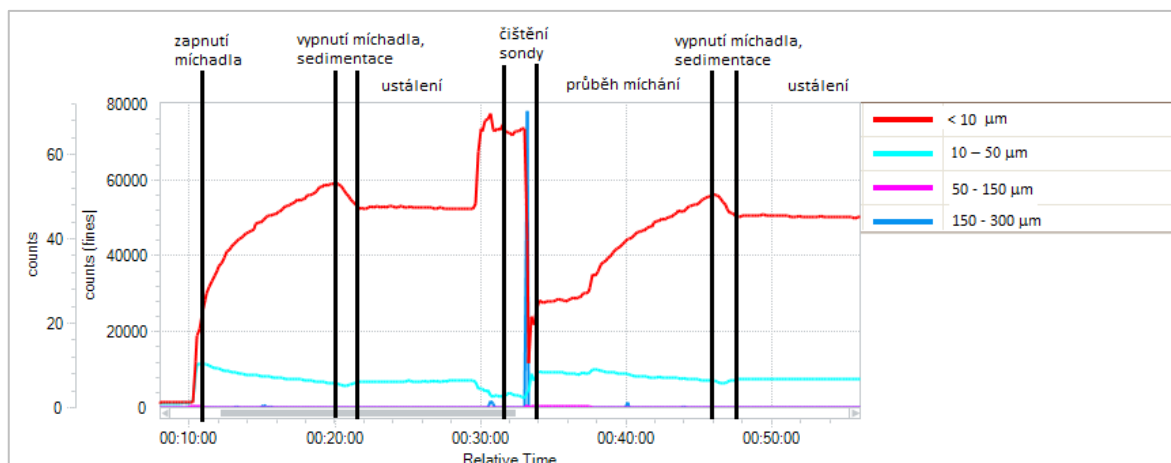
Obrázek 14: 10-50 μm v průběhu míchání (Górnisiewicz, 2017)



Obrázek 15: 10-50 µm po vypnutí míchání (Górnisiewicz, 2017)

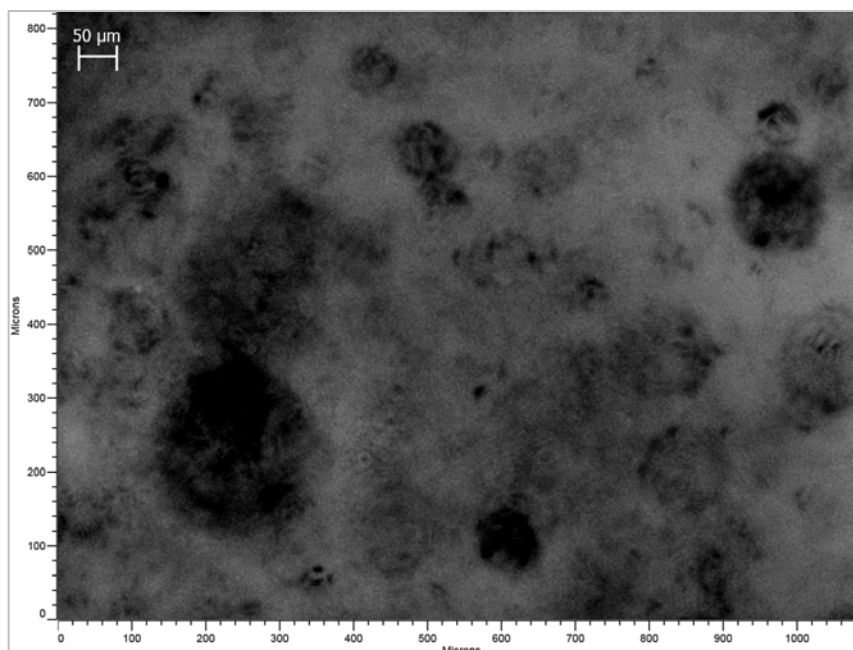
5.1.4 Zrnitostní třída 50 - 100 µm

V *grafu 8* byly zaznamenány všechny jednotlivé fáze celého experimentu - zapnutí a vypnutí míchadla, sedimentace, následné ustálení a čištění sondy, jež bylo zaznamenáno ve 33 min. Časy vypnutí míchání - 20 min, 45 min a časy zapnutí míchání - 10 min, 30 min a 1 h. Převládajícím detekovaným trendem byly částice $< 10 \mu\text{m}$, což značí špatné odebírání zrnitostní třídy z odměrného válce, protože převládajícím trendem zde by měl být „růžový“ trend 50 - 150 µm. Příčinou by mohl být velmi krátký čas sedimentace (23 sekund), v němž muselo být provedeno přichystání pipety a následné pipetování. Dobrým znamením bylo, že po vyčištění sondy a následném míchání a sedimentaci, byla křivka ustálena v přibližně stejných countech.

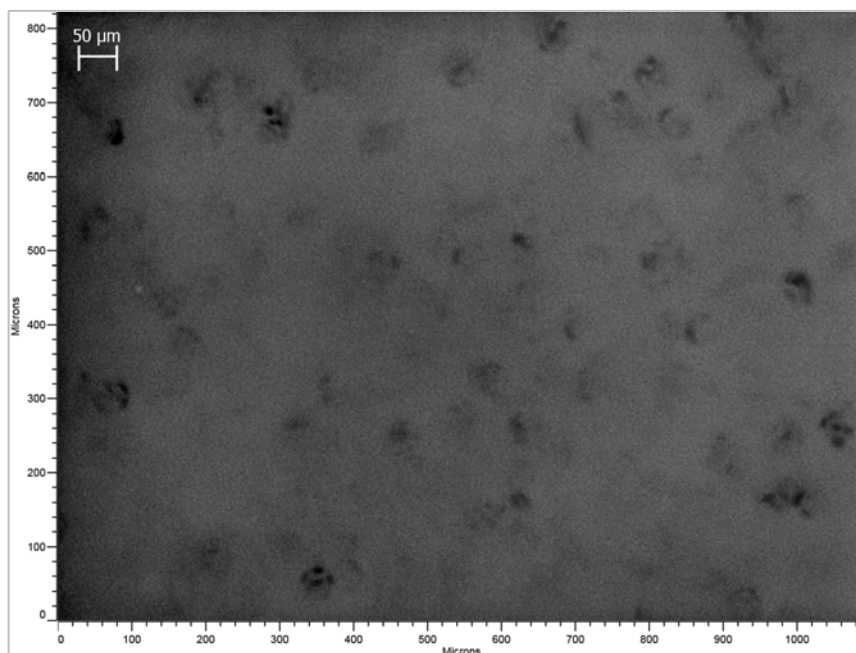


Graf 8: Průběh celého experimentu 50-100 m (Górniewicz, 2017)

Na *obrázku 16* byly zaznamenány částice o velikosti 100 μm a menší, velký černý kruh na levé straně obrázku byl označen jako vzduchová bublina. *Obrázek 17*, na němž jsou viditelné částice, byl uveden jako obrázek po vypnutí míchání. Částice, které byly zaznamenány, jsou částice o velikosti menší než 50 μm , které byly usazeny či přilepeny k plastové ochraně sondy.



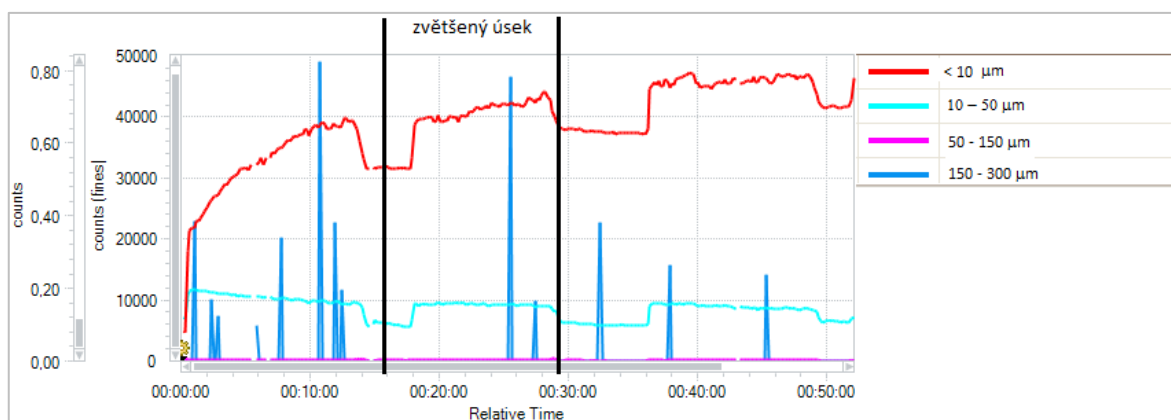
Obrázek 16: 50-100 μm během míchání (Górniewicz, 2017)



Obrázek 17: 50-100 µm bez míchání (Górniewicz, 2017)

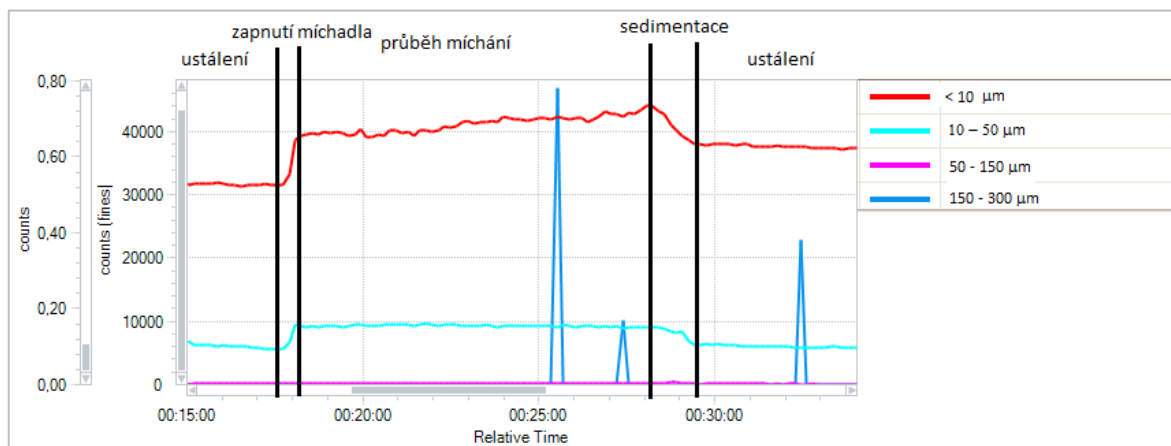
5.1.5 Zrnitostní třída 100 - 200 µm

Graf 9 znázorňuje všechny jednotlivé fáze experimentu - ustálení, míchání, sedimentace. Převládajícím trendem by měl být 150 - 300 µm, ale není, poněvadž při odběru vzorku byl sedimentační čas velmi krátký 30 s, tak byly při odebírání nabrány i ty nejmenší částice, které byly ovlivněny většími částicemi (byly stáhnuty do větší hloubky) a nestačily se sedimentačně odseparovat. Proto převládá trend < 10 µm. Časy vypnutí míchání - 10 min, 24 min, 45 min a časy zapnutí míchadla - 1 min, 14 min, 33 min.



Graf 9: Průběh celého experimentu 100-200 m (Górniewicz, 2017)

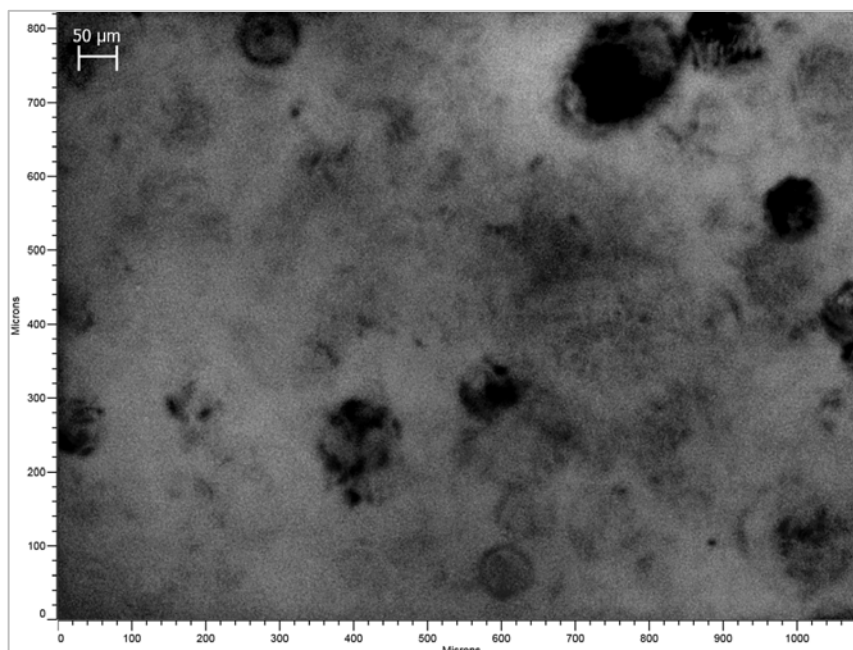
Na *grafu 10* byly zaznamenány jednotlivé fáze jednoho měření - ustálení, průběh míchání, sedimentace a konečné ustálení. Byly zde viděny i částice o velikosti dané zrnitostní třídy, které byly zaznamenány modrými peaky.



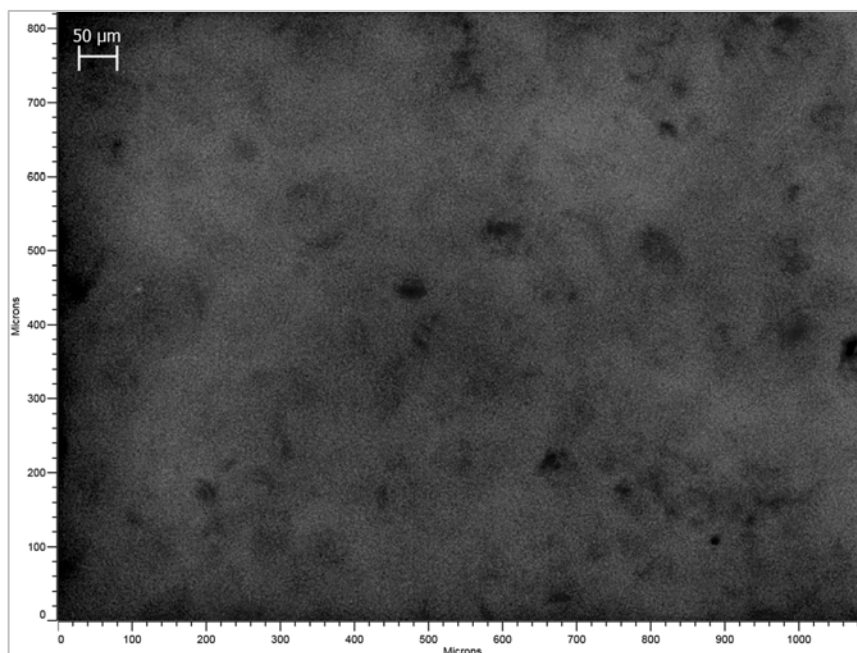
Graf 10: Zvětšený úsek experimentu 100-200 µm (Górniewicz, 2017)

Na *obrázku 18* byly znázorněny částice o velikosti od 100 do 200 µm, tento obrázek byl těžce zachytitelný, protože čím větší částice, tím hůř bývá zachycena. Ideální doba byla těsně po vypnutí míchadla cca 10 - 15 s.

Na *obrázku 19* byl vyfocen stav směsi kaolínu po vypnutí míchání, na něm byly zaznamenány částice menší než 50 µm, které byly staticky přichyceny k plastové ochraně PVM sondy.



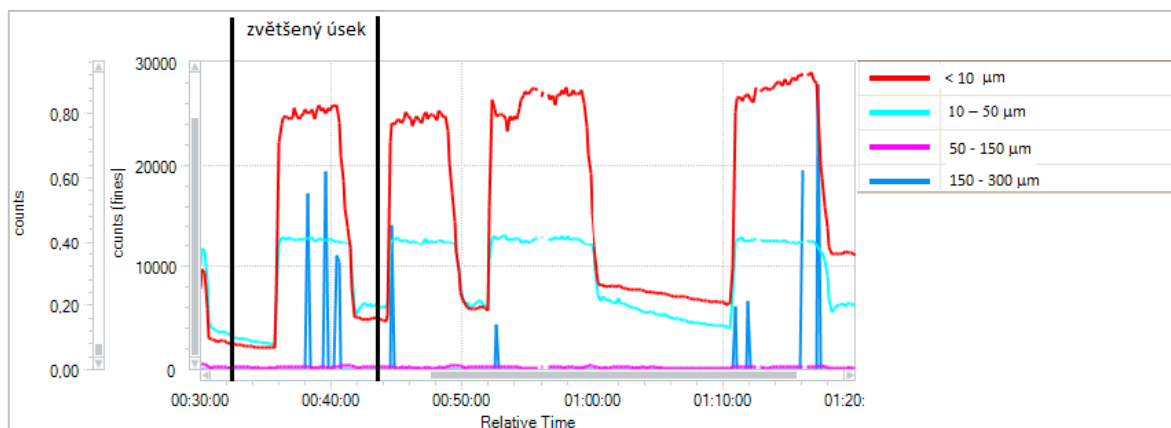
Obrázek 18: 100-200 µm během míchání (Górniewicz, 2017)



Obrázek 19: 100-200 µm bez míchání (Górniewicz, 2017)

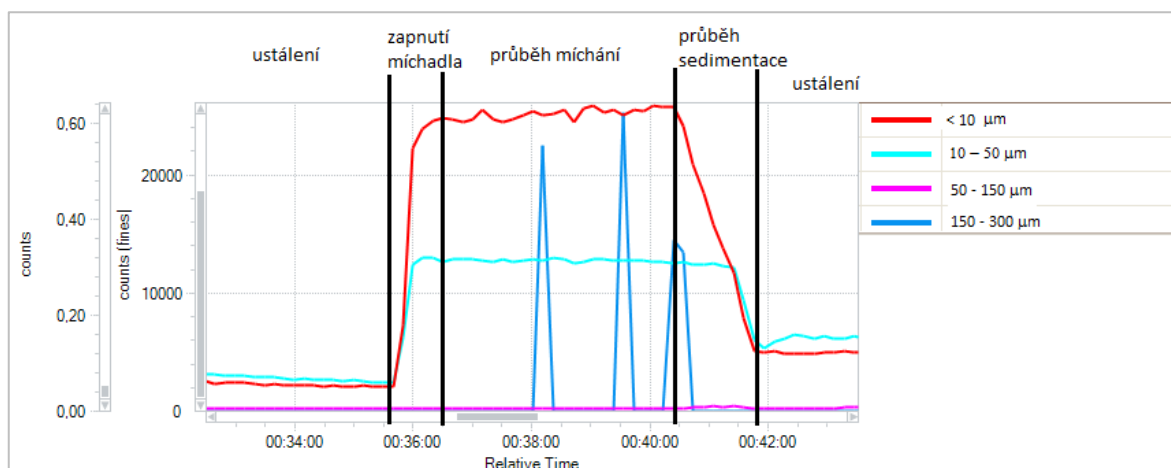
5.1.6 Zrnitostní třída > 200

V této poslední kaolínové zrnitostní třídě opět převládá, jako u předchozí třídy, trend $< 10 \mu\text{m}$ a to kvůli stejnému problému. Sedimentační čas byl zde nejkratší ze všech a činil pouhých 11 s, kdy v tak krátké době se absolutně nemohou odseparovat od sebe velké a malé částice a logicky malých částic je mnohem více na počet než velkých. Vysoce byl zastoupen i druhý trend od 5 do $10 \mu\text{m}$ a občas byly zaznamenány částice o velikosti 150 - 300 μm . V *grafu 11* byly znázorněny všechny jednotlivé fáze celého experimentu - ustálení, průběh míchání, sedimentace a opět ustálení, která byla vždy ve zhruba stejných countech. Časy vypnutí míchadla - 41 min, 51 min, 61 min a časy zapnutí míchadla - 35 min, 44 min, 54 min. Jen pro porovnání v prvních třech experimentech s kaolínem byly zaznamenány částice v desítkách až stovkách countů, zato v posledních třech experimentech s kaolínem byly záznamy s tisíci až desetitisíci countů, což je velmi rozdílné.



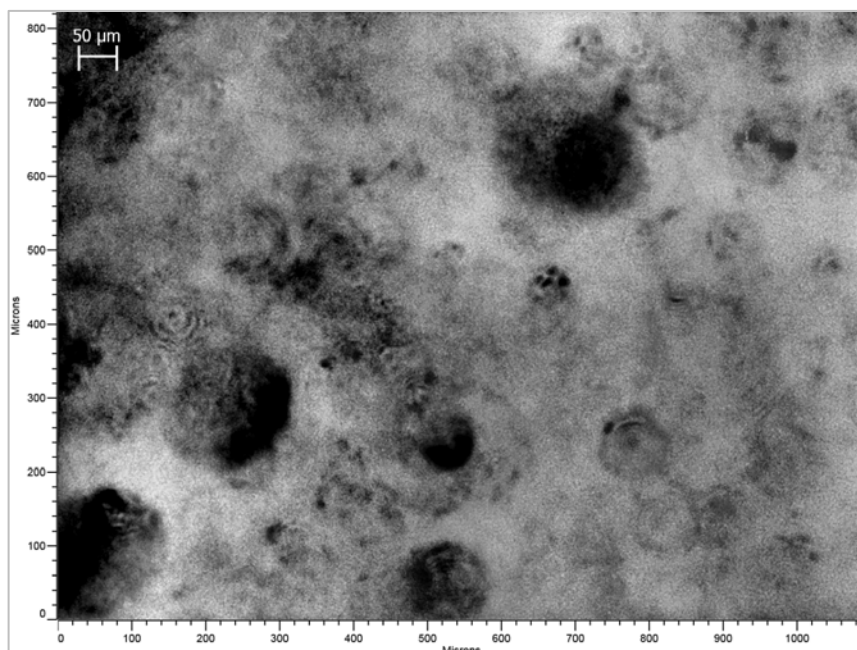
Graf 11: Průběh celého experimentu > 200 m (Górniewicz, 2017)

Graf 12 popisuje podrobněji průběh jednoho měření, kde bylo zaregistrováno ustálení, průběh míchaní, sedimentace a následné opětovné ustálení.

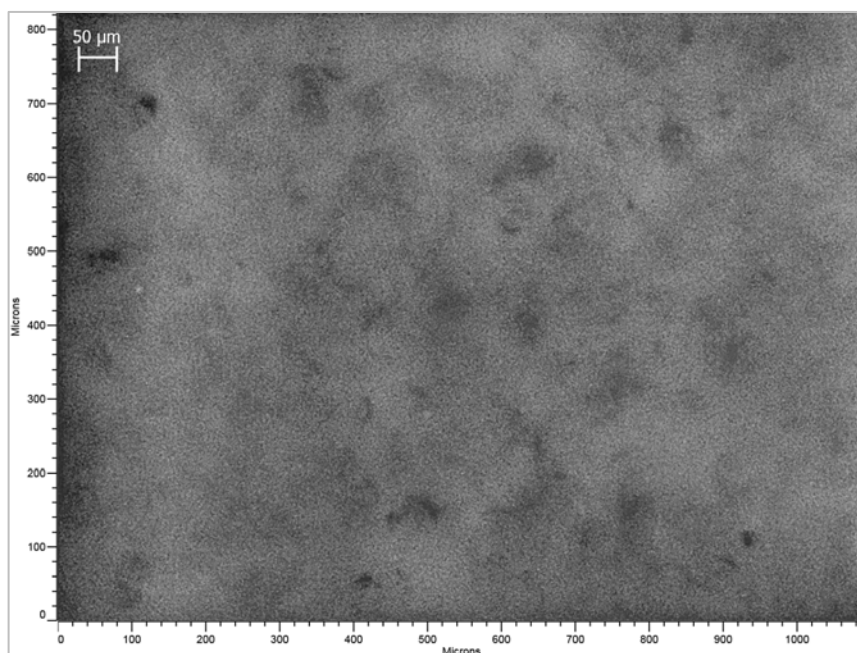


Graf 12: Zvětšený úsek experimentu > 200 m (Górniewicz, 2017)

V obrázku 20 byly detekovány částice během procesu míchaní, které byly větší než 200 μm, ale byly zaznamenány i částice menší velikosti. Na obrázku 21 byly opět vyfoceny částice menší než 50 μm, které byly staticky přichyceny k plastově ochraně sondy nebo byly pouze naplaveny, po vypnutí míchaní, na krytu.



Obrázek 20: > 200 μm během míchání (Górniewicz, 2017)

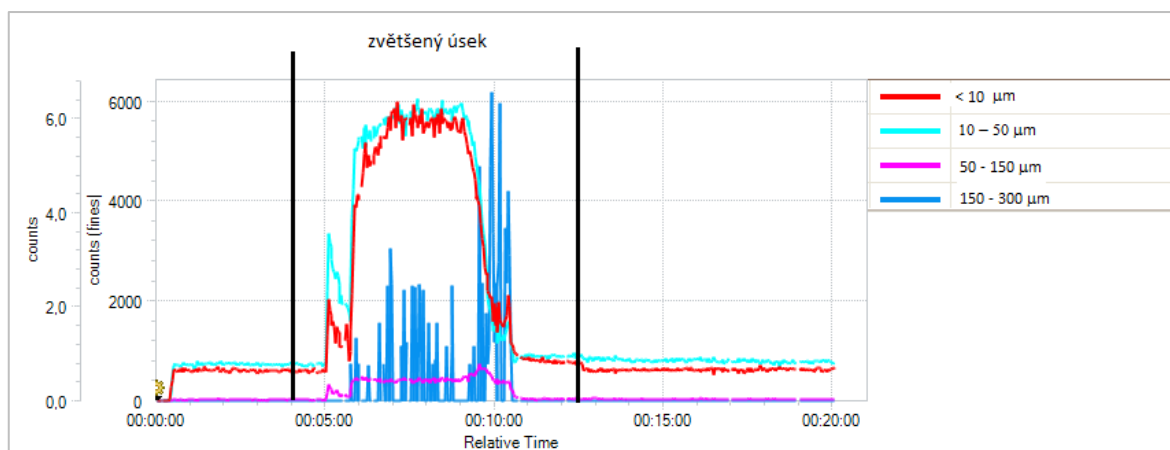


Obrázek 21: > 200 μm bez míchání (Górniewicz, 2017)

5.2 Experiment s hlušinou

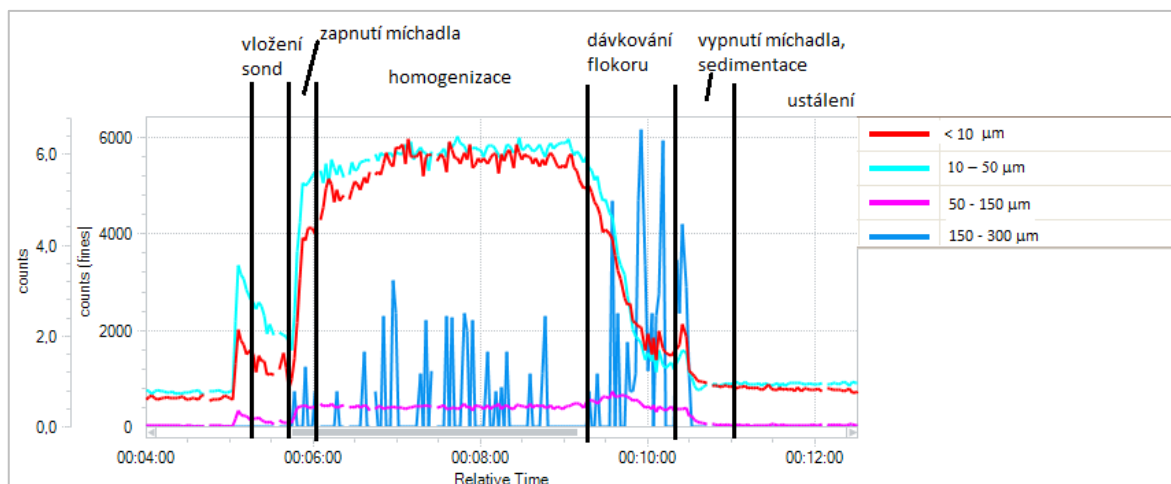
5.2.1 Dávkování Flokoru

Z grafu 13 byl zaznamenán průběh celého experimentu dávkování Flokoru ve směsi s hlušinou. Byly zpozorovány dva převládající trendy a to částice o velikosti $< 10 \mu\text{m}$ a $5 - 10 \mu\text{m}$, které byly detekovány až na hranici 6000 countů a byly tedy nejpočetnější. Ve směsi byly přítomny také částice s velikosti $150 - 300 \mu\text{m}$.



Graf 13: Celý experiment s hlušinou (Górniewicz, 2017)

Na grafu 14 byly zaznamenány všechny fáze tohoto experimentu - vložení sond (5 min), zapnutí a vypnutí míchání, průběh homogenizace, dávkování Flokoru, sedimentace a ustálení. Zvýšení počtu částic o velikosti $150 - 300 \mu\text{m}$, ve fázi dávkování Flokoru, bylo způsobeno agregací menších částic, která byla způsobena koagulantem, na větší vločky. Díky tomu tyto větší částice rychleji sedimentují, a proto byla zaznamenána velmi rychlá sedimentace, a ustálení. V 5,5 min bylo míchadlo zapnuto, v 9 min byl dávkován Flokor a v 10 min bylo míchání vypnuto.

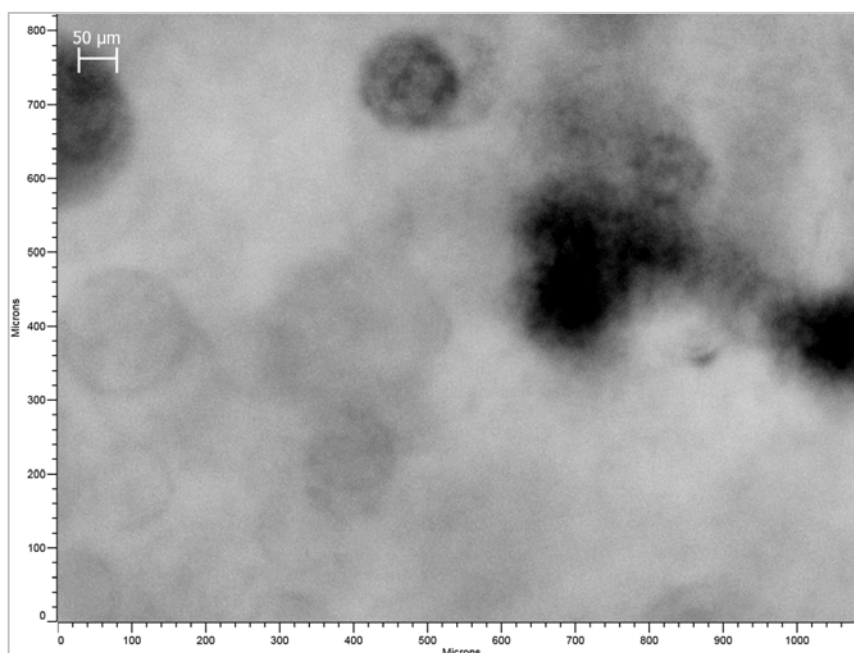


Graf 14: Dávkování Flokoru (Górniewicz, 2017)

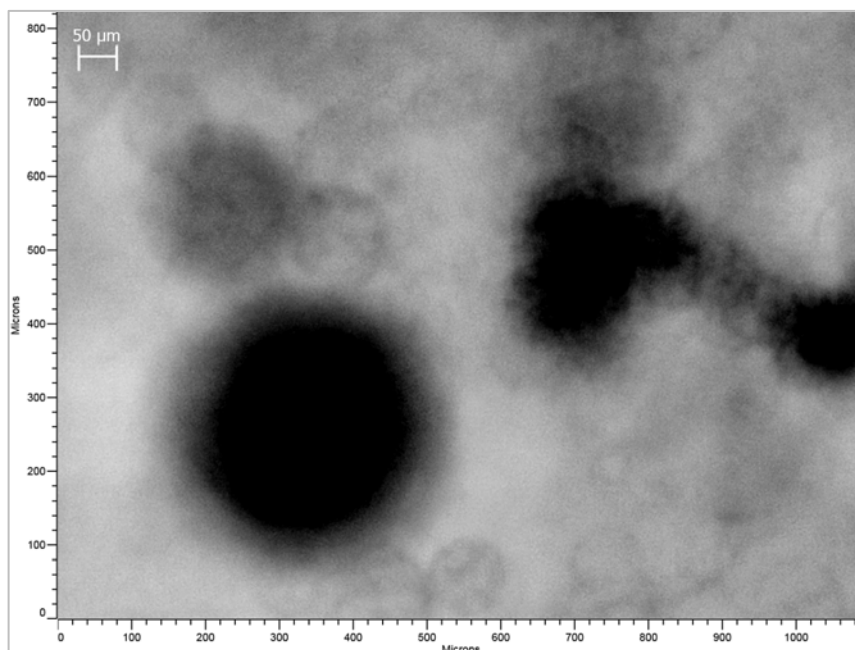
Obrázek 22, na němž byly zachyceny a detekovány částice hlušiny, ještě před přidáním koagulantu, o velikosti cca 50 µm.

Na obrázku 23 byly zaznamenány agregované částice hlušiny, jejichž velikost byla v rozmezí 100 - 200 µm, což znamená, že byly velikostně zdvojnásobeny. Černé fleky, které se vyskytly v pravé části obrázku, byly stejné jako u obrázku 18, což znamená, že na sondě byly přichyceny s nejvyšší pravděpodobností vzduchové bubliny.

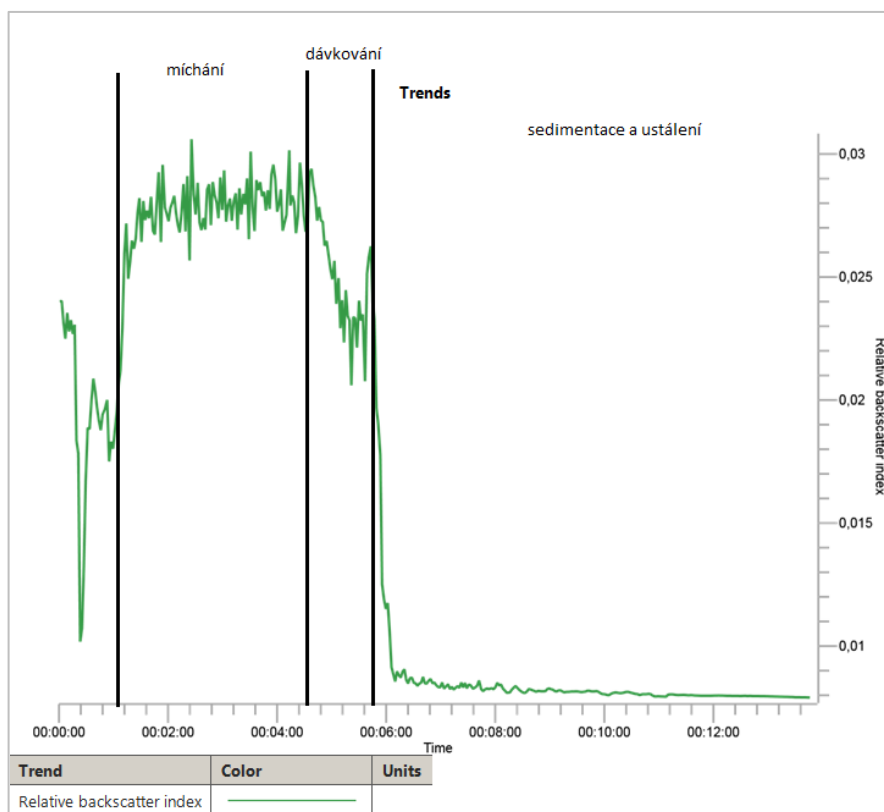
Na grafu 15, který určuje závislost času na indexu lomu světla odraženého od částic ve směsi, byl zaznamenán průběh míchání, dávkování Flokoru a velmi rychlá sedimentace a ustálení.



Obrázek 22: Roztok před přidáním Flokoru (Górniewicz, 2017)



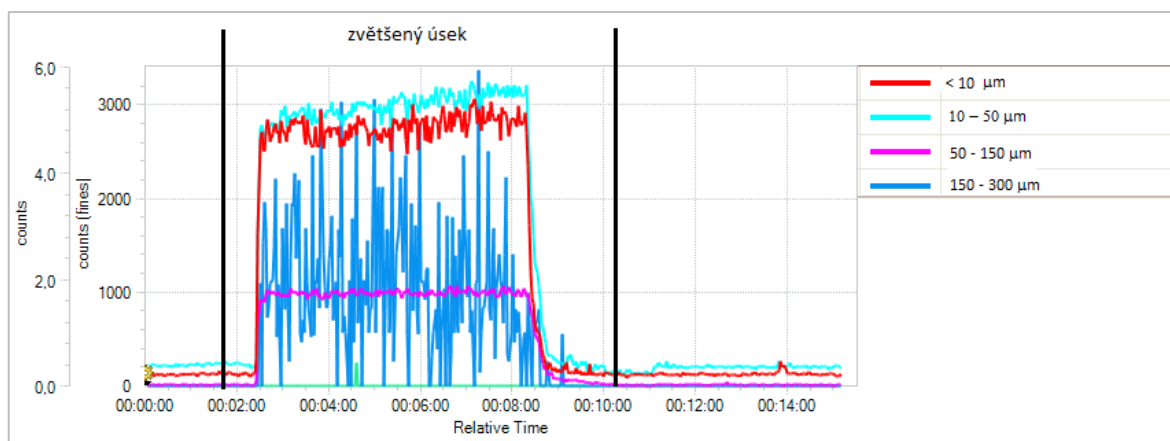
Obrázek 23: Částice po přidání Flokoru (Górniewicz, 2017)



Graf 15: Index lomu světla během dávkování (Górniewicz, 2017)

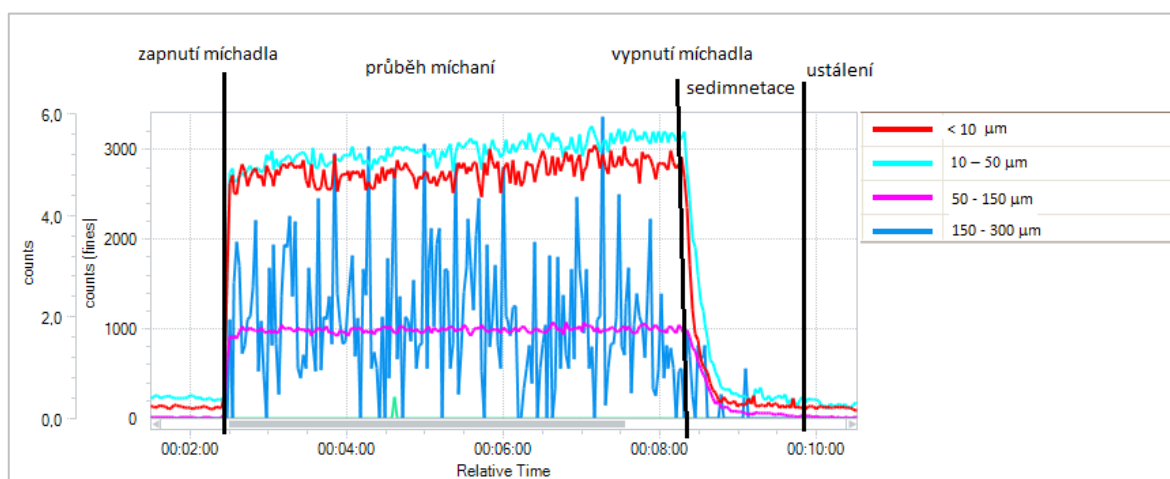
5.2.2 Opětovné rozmíchání a sedimentace

Na *grafu 16* byl zaznamenán průběh celého experimentu opětovného rozmíchání agregovaných částic hlušiny. Byla viděná fáze ustálení, vypnutí a zapnutí míchadla, průběh míchání, sedimentace a konečné ustálení. 2 min - zapnutí míchání, 8 min - vypnutí míchadla. Převládajícím trendem byl z opět trend 10 - 50 μm , který v tomto případě měl poloviční počet částic, z důvodu jejich agregace částic. Ve velmi hojném počtu byly detekovány částice o velikosti 150 - 300 μm (agregované vločky).



Graf 16: Opětovné rozmíchání hlušiny po sedimentaci (Górniewicz, 2017)

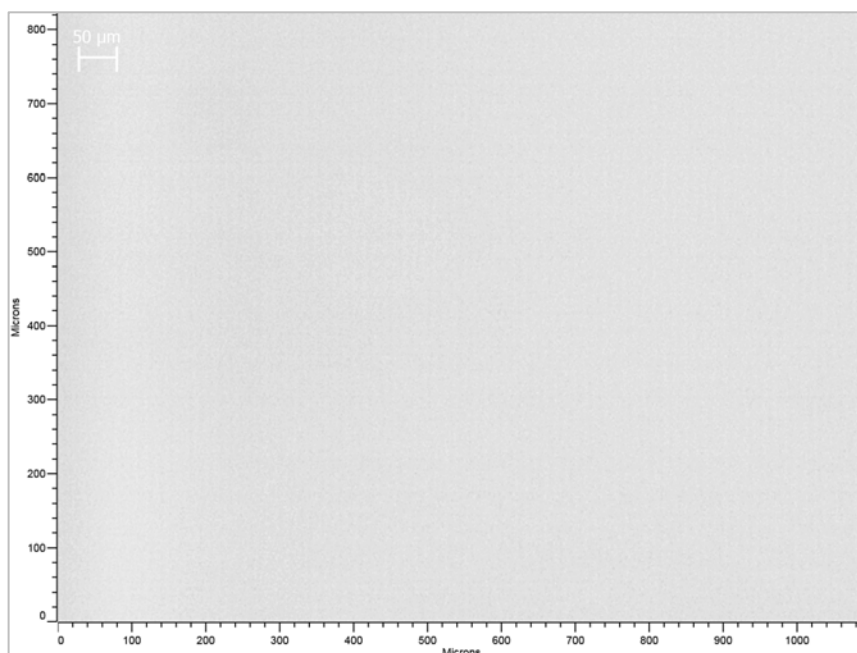
Z *grafu 17* byly zaznamenány podrobněji jednotlivé fáze experimentu. Charakteristická byla sedimentace po 8 min, která byla velmi rychlá, díky zastoupení částice o velikosti 150 - 300 μm .



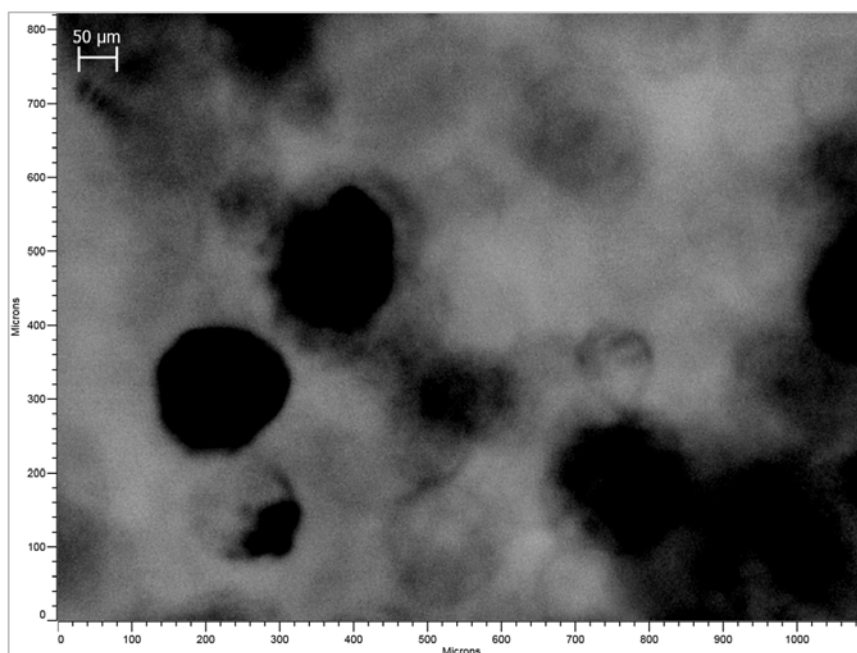
Graf 17: Zvětšený úsek znovu rozmíchání (Górniewicz, 2017)

Obrázek 24 byl přiřazen k fázi ustálení, kdy byl ustálen roztok (ještě před mícháním). Na *obrázku 25* byly zpozorovány částice agregovaných vloček o velikosti 100

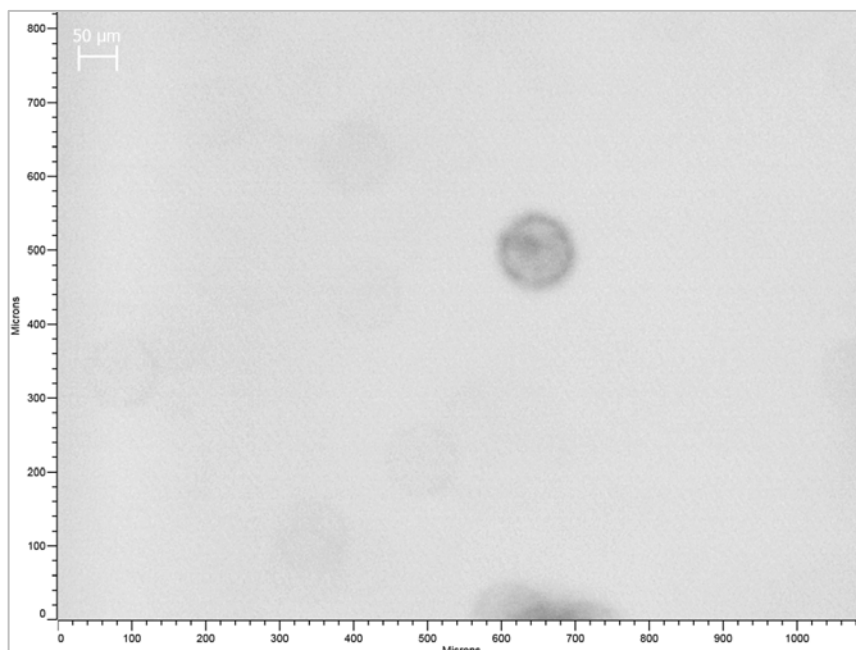
- 200 μm . K fázi sedimentace byl přiřazen *obrázek 26*, na němž nebyly viděny skoro žádné částice. Snímek byl pořízen několik sekund po vypnutí míchání.



Obrázek 24: Ustálený roztok s flokulovanou hlušinou (Górniewicz, 2017)



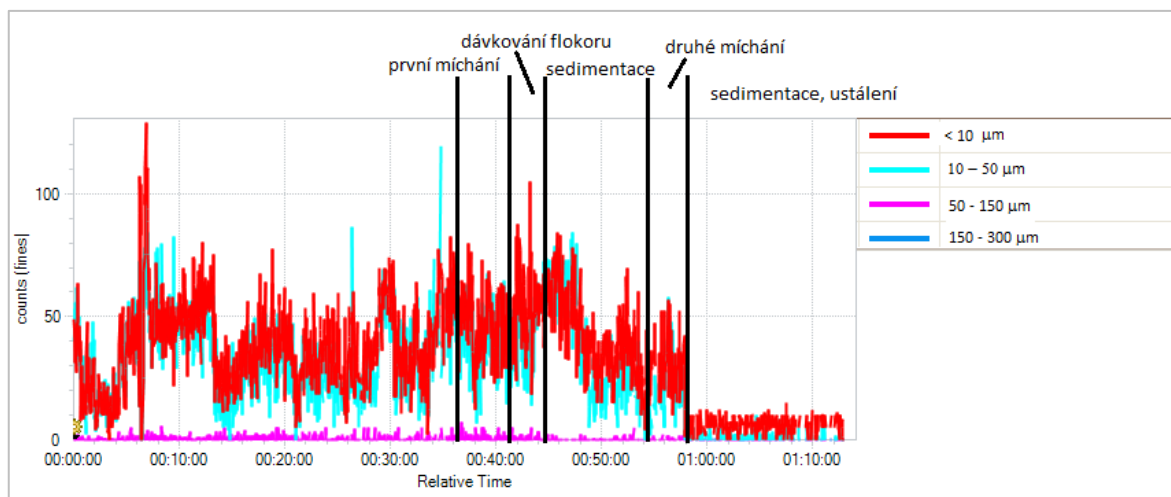
Obrázek 25: Znovu rozmíchaná směs hlušiny (Górniewicz, 2017)



Obrázek 26: Sedimentace hlušiny (Górniewicz, 2017)

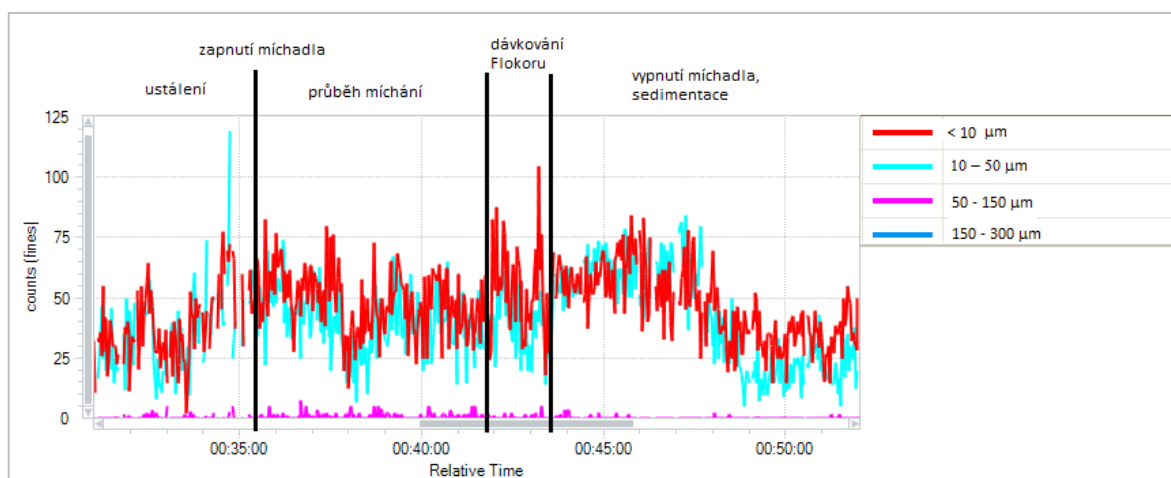
5.3 Experiment se surovou vodou

Na *grafu 18* byl zaznamenán průběh celého posledního experimentu se surovou vodou, z něhož byly vyčteny všechny fáze experimentu (viz *graf 18*). Časy vypnutí míchání - 25 min, 44 min, 58 min a časy zapnutí míchání - 0,5 min, 13 min, 36 min. Dávkování bylo uskutečněno v 43 min, které bylo následováno sedimentací částic. Z grafu bylo vyčteno, že se jednalo o čistou vodu, poněvadž nejvíce zastoupený trend $< 10 \mu\text{m}$ byl zaznamenán v desítkách countů, což bylo velmi malé množství oproti například kaolínu (desítky tisíc).



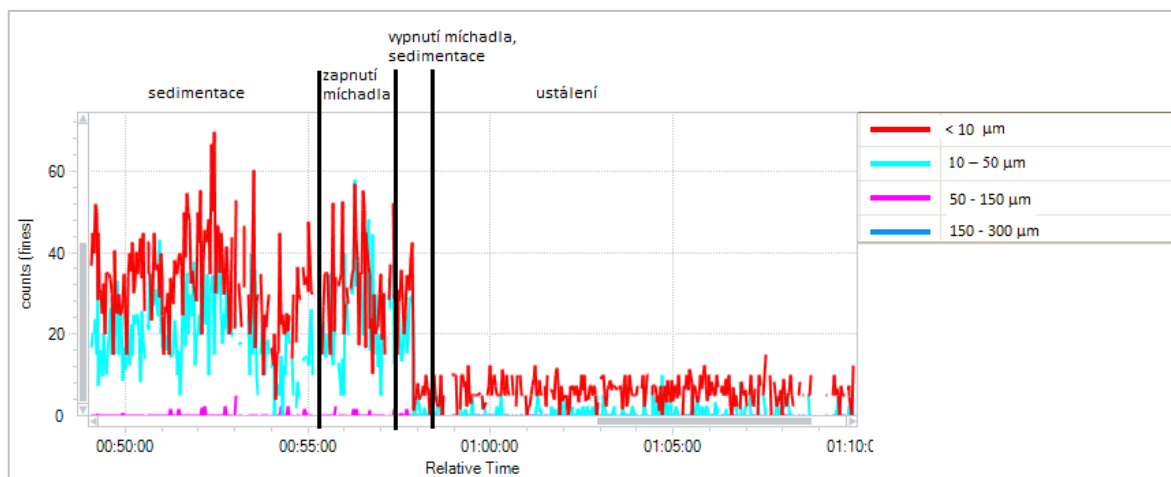
Graf 18: Průběh celého experimentu se surovou vodou (Górniewicz, 2017)

Na *grafu 19* byl důkladněji zviditelněn průběh míchání (36 - 44 min), dávkování koagulantu (43 min) a sedimentace agregovaných částic (od 57 min). Důležitý jev byl zaznamenán po dávkování Flokoru, kdy trend 10 - 50 μm byl početnější než trend < 10 μm , což bylo způsobeno agregací jeho částic na částice o větší velikosti. Tento jev byl následován opět velmi rychlou sedimentací a ustálením.

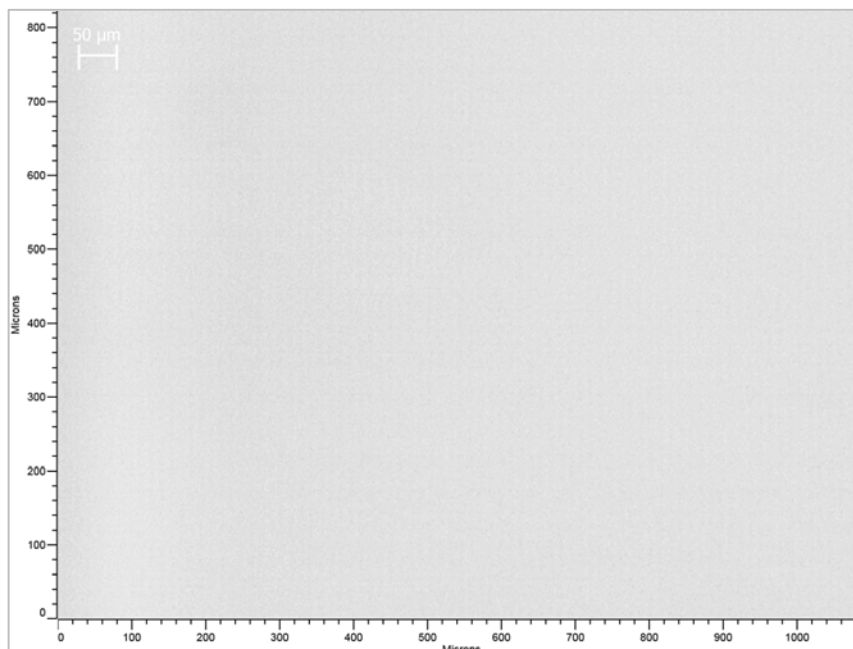


Graf 19: Dávkování Flokoru a sedimentace (Górniewicz, 2017)

Na *grafu 20* bylo znázorněné opětovné (druhé) míchání (56 - 57 min), již flokulované surové vody. Na tomto grafu by měly být detekovány nejpočetnější částice o velikosti 10 - 50 μm , ale převládá trend s velikostí částic < 10 μm , což by mělo být způsobeno opětovným mícháním, jímž byly agregované částice rozbity na částice o něco menší. Ale sedimentace byly opět prokazatelně rychlá.

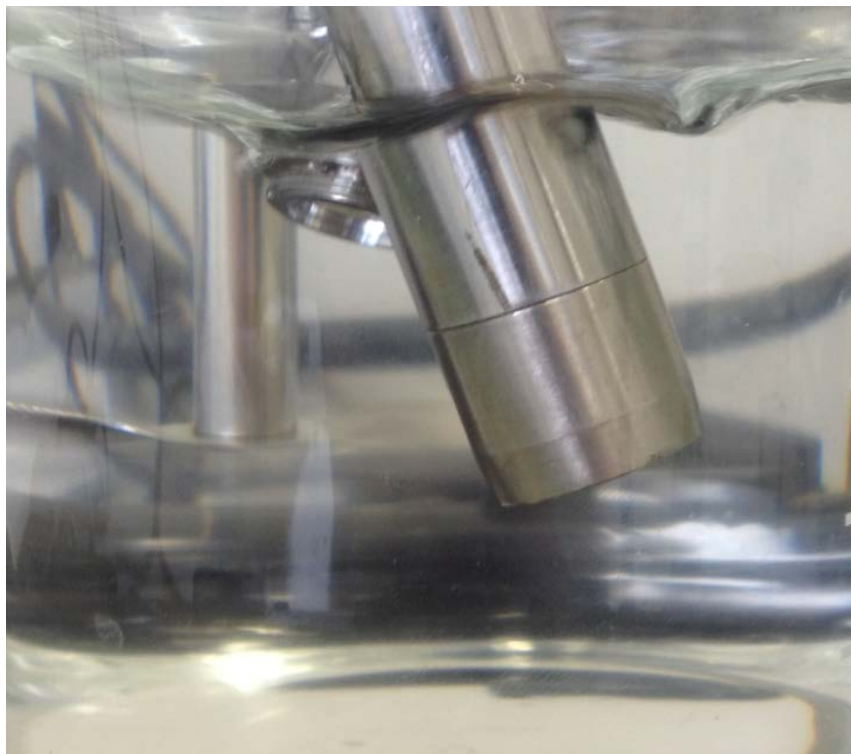


Graf 20: Opětovné rozmíchání po sedimentaci (Górniewicz, 2017)

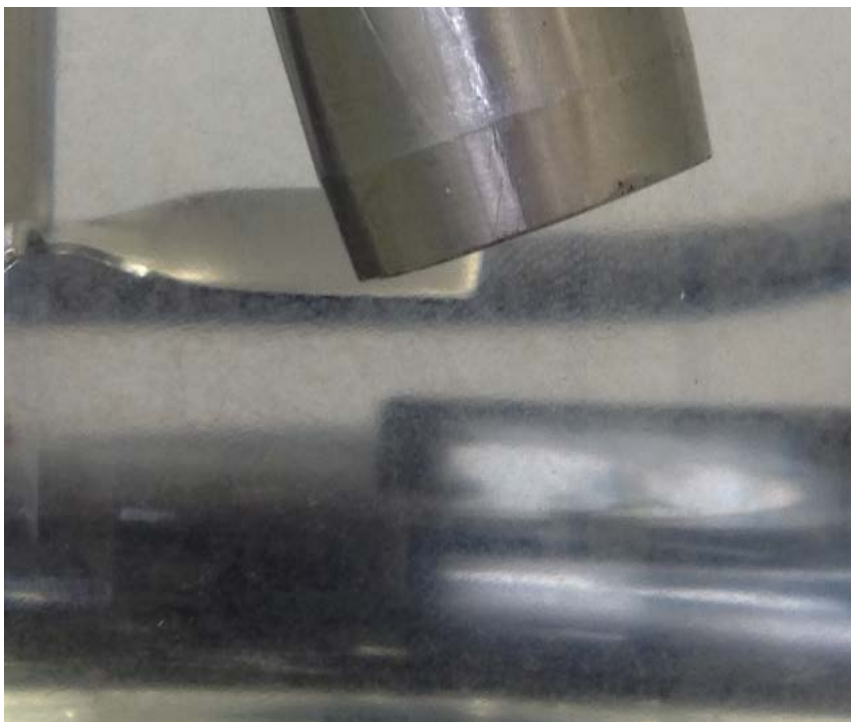


Obrázek 27: Surová voda během míchání (Górniewicz, 2017)

Surová voda byla opravdu velmi čistá a homogenní, protože na PVM sondě bohužel nebyly zaznamenány žádné částice, jak před dávkováním Flokoru, tak během dávkování a v průběhu sedimentace (viz *obrázek 27*). Kvůli absenci PVM snímků byly vytvořeny fotky pomocí mobilního telefonu. *Obrázek 28* byl vytvořen před dávkováním flokulantu. Následuje *obrázek 29*, který byl zachycen po dávkování, a bylo zde viděno mírné zakalení. Poslední obrázek 26 byl pořízen po uplynutí 24 hodin sedimentace, u dna bylo detekováno fázové rozhraní.



Obrázek 28: Čistá voda bez Flokoru (Górniewicz, 2017)



Obrázek 29: Po přidání Flokoru (Górniewicz, 2017)



Obrázek 30: Sedimentace u dna za 1 den (Górnisiewicz, 2017)

ZÁVĚR

Zaměření této diplomové práce bylo posouzení možnosti charakterizace velikosti částic a jejich chováním v roztocích s využitím on-line mikroskopie.

Teoretická část práce popisuje a shrnuje obecné metody optické mikroskopie, kde jsou podrobněji popsány sondy, které se používaly při měření experimentů. Dále obsahuje rozdělení disperzních a koloidních soustav, podrobný popis vlastností koloidních soustav, mezi něž patřily kinetické vlastnosti, stabilita, reologické a optické vlastnosti.

Praktická část práce se zabývala třemi experimenty (kaolín, hlušina, surová voda), které se od sebe lišily charakterem roztoku zejména zahuštěním (surová voda = skoro čirý roztok, hlušina = velice zahuštěný roztok), a u kterých se pomocí on-line sond FBRM a PVM provedla analýza velikosti částic v reálném čase (on-line). U všech grafů byl popsán průběh experimentu.

V prvním experimentu se vypočítaly Atterbergovými mezemi zrnitostní třídy, u kterých se měřila velikost částic, u každé třídy se měřilo třikrát. U všech grafů byla nejstabilnější frakce 10 - 50 μm , u níž šel vidět celý průběh experimentu a byl patrný pokles částic při sedimentaci a nárůst při zapnutí míchadla. Ve druhém experimentu se zaznamenával průběh koagulace ve směsi hlušiny, která vznikla smícháním vody a 8 g hlušiny z Paskova. Koagulačním činidlem byl Flokor 1,2 A, jehož dávka byla 0,16 ml. Za zmínku stojí, že sondy zaznamenaly změnu po přidání Flokoru, kde šel vidět pokles dříve převládajícího trendu $< 5 \mu\text{m}$ a velký nárůst částic o velikosti 150 - 300 μm . U posledního experimentu se použila velmi čirá surová voda z úpravny vody, do které se dávkovalo 0,03 ml Flokoru. Z grafu vyšlo, že při prvním míchání probíhala sedimentace a ustálení mnohem pomaleji než u druhého míchání, což znamená, že Flokor potřebuje určitý čas, aby se částice agregovaly.

Výsledky prokázaly, že byla viditelná dynamika procesu koagulace, při níž byly zaznamenány jednotlivé fáze - dávkování, vločkování a sedimentace. Dále, že PVM sonda dokázala zachytit změnu velikosti částic při koagulaci, i když se jednalo o velmi rozdílné zahuštěné roztoky - u surové vody se počet částic pohyboval v desítkách countů, ale u kaolínu v desetitisících countů. Proto jsou tyto metody velmi výhodné pro rychlé měření v reálném čase v procesech koagulace, flokulace, sedimentace, během nichž se mohou uvedené procesy přímo optimalizovat a to i v průběhu provozu.

Rozhodně bych doporučil navazujícími experimenty pokračovat v této studii. Studie by mohla být zaměřena na proces koagulace, kde by byly srovnány výsledky měření, při kterých by se používaly například jiné typy míchadel nebo rozdílné otáčky při míchání. Dále by se mohla řešit koagulace, při níž by se sledoval vliv dávkování činidla při různých teplotách. Na základě získaných výsledků z provedených experimentů je možno říci, že je online sondy lze účelně využít ke studiu koloidních disperzí.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] BARTOVSKÁ, Lidmila a Marie ŠIŠKOVÁ. *Fyzikální chemie povrchů a koloidních soustav*. Vyd. 6., přeprac. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2010. ISBN 978-80-7080-745-3.
- [2] JULÍNEK, Martin. *Zobrazovací metody v optické mikroskopii*. [online]. [cit. 2017-04-28], 2004. Dostupné z [http://www.fch.vut.cz/~zmeskal/obring/prednasky_2004/mikroskopie_20\(martin%20julinek\).pdf](http://www.fch.vut.cz/~zmeskal/obring/prednasky_2004/mikroskopie_20(martin%20julinek).pdf)
- [3] KUBATOVA, Senta. *Biofot* [online]. [cit. 2017-04-26]. <<http://uloz.to/1162346/biofot.doc>>
- [4] Introduction to Optical Microscopy, Digital Imaging, and Photomicrography. *Molecular Expressions - Optical Microscopy Primer* [online]. 2015 [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: <http://micro.magnet.fsu.edu/primer/pdfs/microscopy.pdf>
- [5] NAVRÁTIL, Leoš. *Medicínská biofyzika*. Praha: Grada, 2005. ISBN 978-80-247-1152-2.
- [6] Optické metody. *Vyšší odborná škola zdravotnická a Střední zdravotnická škola Hradec Králové* [online]. 2017 [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: <http://anl.zshk.cz/vyuka/opticke-metody.aspx>
- [7] KOVAL, Lukáš. *Vyžití online analýzy obrazu pro aglomeraci, flokulaci/koagulaci a sedimentaci částic v technologii vod*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, certifikována metodika, 2014. 19 s.
- [8] FBRM Quick Reference. *Návod k sondě FBRM G400 Interchangeable probe tips*, 2010, Mettler toledo.
- [9] Sonda ParticleTrack s technologií FBRM. *Mettler Toledo* [online]. 2017 [cit. 2017-04-28]. Dostupné z: http://www.mt.com/cz/cs/home/products/L1_AutochemProducts/FBRM-PVM-Particle-System-Characterization/FBRM.html
- [10] VIJAY K., M. K. Taylor, A. Mehrotra, and W. C. Stagn. Real-Time Particle Size Analysis Using Focused Beam Reflectance Measurement as a Process Analytical Technology Tool for a Continuous Granulation–Drying–Milling Process. *US National Library of Medicine National Institutes of Health Search database* [online] [cit. 2017-04-28] Dostupné z: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC3666011/>

- [11] Analýza distribuce velikosti částic. *Mettler Toledo* [online]. 2017 [cit. 2017-04-28].
Dostupné z: http://www.mt.com/cz/cs/home/products/L1_AutochemProducts/FBRM-PVM-Particle-System-Characterization.html
- [12] Systém ParticleView s technologií PVM. *Mettler Toledo* [online]. 2017 [cit. 2017-04-28]. Dostupné z:
http://www.mt.com/cz/cs/home/products/L1_AutochemProducts/FBRM-PVM-Particle-System-Characterization/PVM.html
- [13] PVM V819 Technology. *Mettler Toledo* [online]. 2017 [cit. 2017-04-28]. Dostupné z:
http://www.mt.com/cz/cs/home/products/L1_AutochemProducts/FBRM-PVM-Particle-System-Characterization/PVM/Lasentec_PVM_V819.html
- [14] XIAO, F., K. M. Lam, X. Y. Li, R. S. Zhong a X. H. Zhang. PIV characterisation of flocculation dynamics and floc structure in water treatment. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2011, vol. 379, 1-3.
- [15] GABRIEL, Roman A Jegorov a K. Šafářová Optimalizace krystalizace vinanu ergotaminu pomocí laserové sondy. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, Přírodovědná fakulta. 2012 Dostupné z: http://www.chemicke-listy.cz/docs/full/2012_08_765-768.pdf
- [16] MALÝ, Josef a Jitka MALÁ. *Chemie a technologie vody*. Brno: NOEL 2000, 1996. ISBN 8086020134.
- [17] Číření. Envites [online]. 2014 [cit. 2017-04-25]. Dostupné z: http://www.envites.cz/cs/nase_specializace/sedimentace/cireni/#princip
- [18] KUČEROVÁ, Radmila, Peter FEČKO a Barbora LYČKOVÁ. Úprava a čištění vody. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2011. ISBN 9788024823898.
- [19] BINDZAR, Jan. Základy úpravy a čištění vod. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2009. ISBN 978-80-7080-729-3.
- [20] MALÝ, Josef a Jitka MALÁ. *Chemie a technologie vody*. 2., dopl. vyd. Brno: ARDEC, c2006. ISBN 8086020509.

- [21] Muller-Neuhaus C.: *Gesundheits-Ingenieur* 7/8, 105, 1952
- [22] TUČEK, Ferdinand, Jan CHUDOBA a Zdeněk KONÍČEK. *Základní procesy a výpočty v technologii vody*. 2. přeprac. vyd. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1988.
- [23] DENNISTON, K. J., Joseph J. TOPPING a Robert L. CARET. *General, organic, and biochemistry*. 6th ed. Dubuque, IA: McGraw-Hill, c2008. ISBN 9780073511108.
- [24] VYMAZALOVÁ, K. *Srovnání různých modifikací koagulačních testů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2008. 64 s. Vedoucí diplomové práce RNDr. Jaroslav Mega, Ph.D.
- [25] O'MELIA C. R.: Coagulation and Flocculation. In: *Physicochemical Processes for Water Quality Control*. (W. K. Weber, Jr, Edits), Wiley, New York 1972.
- [26] Effects of Slow-Mixing on the Coagulation Performance of Polyaluminum Chloride (PACl). *ScienceDirect* [online]. 2017 [cit. 2017-04-28]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0144861717300656>
- [27] ŠČUKIN, E. D., A. V. PERCOV a E. A. AMELINOVÁ. *Koloidní chemie*. Přeložil Jan PANCL. Praha: Academia, 1990. ISBN 80-200-0259-6.
- [28] KVÍTEK, Libor a Aleš PANÁČEK. *Základy koloidní chemie*. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, 2007. ISBN 978-80-244-1669-4.
- [29] GREGŮREK, M. *Studium dispergace oxidu titaničitého pomocí kulového mletí*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2016. 45 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Petr Dzik, Ph.D.
- [30] POUCHLÝ, Julius. *Fyzikální chemie makromolekulárních a koloidních soustav*. Vyd. 2. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 2001. 198 s. ISBN 80-7080-422-x.
- [31] LUKÁŠ, R. *Posouzení stability vizkozních roztoků pro účely stanovení velikosti částic a zeta potenciálu.*, Ostrava: Vysoká škola báňská - technická univerzita Ostrava, Hornicko-geologická fakulta, 2011. Vedoucí bakalářská práce Ing. Jan Thomas, Ph.D.

- [32] KILIANOVÁ, Martina. *Studium přípravy nanokopozitů na bázi kovů a jejich oxidů*. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, Fakulta přírodovědecká, 2010. Vedoucí diplomové práce RNDr. Robert Pucek Ph.D.
- [33] ÚSTAV FYZIKÁLNÍ CHEMIE Skripta. *Ústav fyzikální chemie VŠCHT Praha* [online]. 2017 [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: <https://old.vscht.cz/fch/cz/pomucky/FCH4Mgr.view.pdf>
- [34] POUCHLÝ, Julius a Ivan VAVRUCH. *Fyzikální chemie koloidních soustav*. Praha: SNTL, 1960. Řada chemické literatury
- [35] Colloid. EncyclopediColloid. *Encyclopedia Britannica* [online]. 2017 [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: <https://www.britannica.com/science/colloida> Britannica [online]. 2017 [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: <https://www.britannica.com/science/colloid>
- [36] SCHWEITZER, Frank. *Brownian agents and active particles: collective dynamics in the natural and social sciences*. New York: Springer, 2003. ISBN 3-540-43938-2.
- [37] JACOB N. ISRAELACHVILI. *Intermolecular and surface forces*. 3rd ed. Burlington, MA: Academic Press, 2011. ISBN 9780123919274.
- [38] LAMBOJ, Ladislav a Zdeněk ŠTĚPÁNEK. *Mechanika zemin a zakládání staveb*. Praha: Vydavatelství ČVUT, 2005. ISBN 80-01-03094-6.

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obrázek 1: FBRM sonda [7].....	4
Obrázek 2: PVM sonda [7]	5
Obrázek 3: Schéma PIV metody [7]	6
Obrázek 4: Tlaková flokulační nádrž [22]	11
Obrázek 5: Fluidní ocelová nádrž [22]	11
Obrázek 6: a) Matinův průměr, b) Feretův průměr, c) Heywoodův průměr [1].....	15
Obrázek 7: Schéma Brownova pohybu [22]	18
Obrázek 8: Tyndallův jev [27].....	22
Obrázek 9: Působící síly [16].....	24
Obrázek 10: Atterbergovy meze (Górnisiewicz, 2017)	26
Obrázek 11: Schéma měřicího zařízení (Górnisiewicz, 2017)	28
Obrázek 12: > 5 μm během míchání (Górnisiewicz, 2017).....	31
Obrázek 13: 5-10 μm během míchání (Górnisiewicz, 2017)	33
Obrázek 14: 10-50 μm v průběhu míchání (Górnisiewicz, 2017)	34
Obrázek 15: 10-50 μm po vypnutí míchání (Górnisiewicz, 2017)	35
Obrázek 16: 50-100 μm během míchání (Górnisiewicz, 2017).....	36
Obrázek 17: 50-100 μm bez míchání (Górnisiewicz, 2017).....	37
Obrázek 18: 100-200 μm během míchání (Górnisiewicz, 2017).....	38
Obrázek 19: 100-200 μm bez míchání (Górnisiewicz, 2017).....	39
Obrázek 20: > 200 μm během míchání (Górnisiewicz, 2017).....	41
Obrázek 21: > 200 μm bez míchání (Górnisiewicz, 2017).....	41
Obrázek 22: Roztok před přidáním Flokoru (Górnisiewicz, 2017)	43
Obrázek 23: Částice po přidání Flokoru (Górnisiewicz, 2017)	44
Obrázek 24: Ustálený roztok s flokulovanou hlušinou (Górnisiewicz, 2017).....	46
Obrázek 25: Znovu rozmíchaná směs hlušiny (Górnisiewicz, 2017)	46
Obrázek 26: Sedimentace hlušiny (Górnisiewicz, 2017).....	47
Obrázek 27: Surová voda během míchání (Górnisiewicz, 2017)	49
Obrázek 28: Čistá voda bez Flokoru (Górnisiewicz, 2017).....	50
Obrázek 29: Po přidání Flokoru (Górnisiewicz, 2017).....	50
Obrázek 30: Sedimentace u dna za 1 den (Górnisiewicz, 2017)	51

SEZNAM GRAFŮ

Graf 1: Průběh celého experimentu < 5 m (Górniewicz, 2017).....	29
Graf 2: Zvětšený úsek experimentu < 5 m (Górniewicz, 2017).....	30
Graf 3: Závislost indexu lomu $u < 5$ (Górniewicz, 2017).....	31
Graf 4: Průběh celého experimentu 5-10 m (Górniewicz, 2017).....	32
Graf 5: Zvětšený úsek experimentu 5-10 m (Górniewicz, 2017).....	32
Graf 6: Průběh celého experimentu 10-50 m (Górniewicz, 2017).....	33
Graf 7: Zvětšený úsek experimentu 10-50 m (Górniewicz, 2017).....	34
Graf 8: Průběh celého experimentu 50-100 m (Górniewicz, 2017).....	36
Graf 9: Průběh celého experimentu 100-200 m (Górniewicz, 2017).....	37
Graf 10: Zvětšený úsek experimentu 100-200 μm (Górniewicz, 2017)	38
Graf 11: Průběh celého experimentu > 200 m (Górniewicz, 2017).....	40
Graf 12: Zvětšený úsek experimentu > 200 m (Górniewicz, 2017).....	40
Graf 13: Celý experiment s hlušinou (Górniewicz, 2017)	42
Graf 14: Dávkování Flokoru (Górniewicz, 2017).....	43
Graf 15: Index lomu světla během dávkování (Górniewicz, 2017)	44
Graf 16: Opětovné rozmíchání hlušiny po sedimentaci (Górniewicz, 2017).....	45
Graf 17: Zvětšený úsek znovu rozmíchání (Górniewicz, 2017)	45
Graf 18: Průběh celého experimentu se surovou vodou (Górniewicz, 2017).....	48
Graf 19: Dávkování Flokoru a sedimentace (Górniewicz, 2017)	48
Graf 20: Opětovné rozmíchání po sedimentaci (Górniewicz, 2017)	49

SEZNAM TABULEK

Tabulka 1: Klasifikace disperzních soustav [1].....	14
Tabulka 2: Klasifikace koloidních disperzí [1, 22].....	17
Tabulka 3: Zrnitostní třídy kaolínu (Górniewicz, 2017).....	25